

THESES

présentées à la

FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE NANCY

pour obtenir le titre de

DOCTEUR - INGÉNIEUR

par

C. ESCARAVAGE

Ingénieur Civil des Mines

PREMIERE THESE

**Déformation par glissement sur le plan de base
de monocristaux de la solution solide magnésium-indium.**

DEUXIEME THESE

PROPOSITION DONNÉE PAR LA FACULTÉ

Soutenues le

1969, devant la commission d'examen

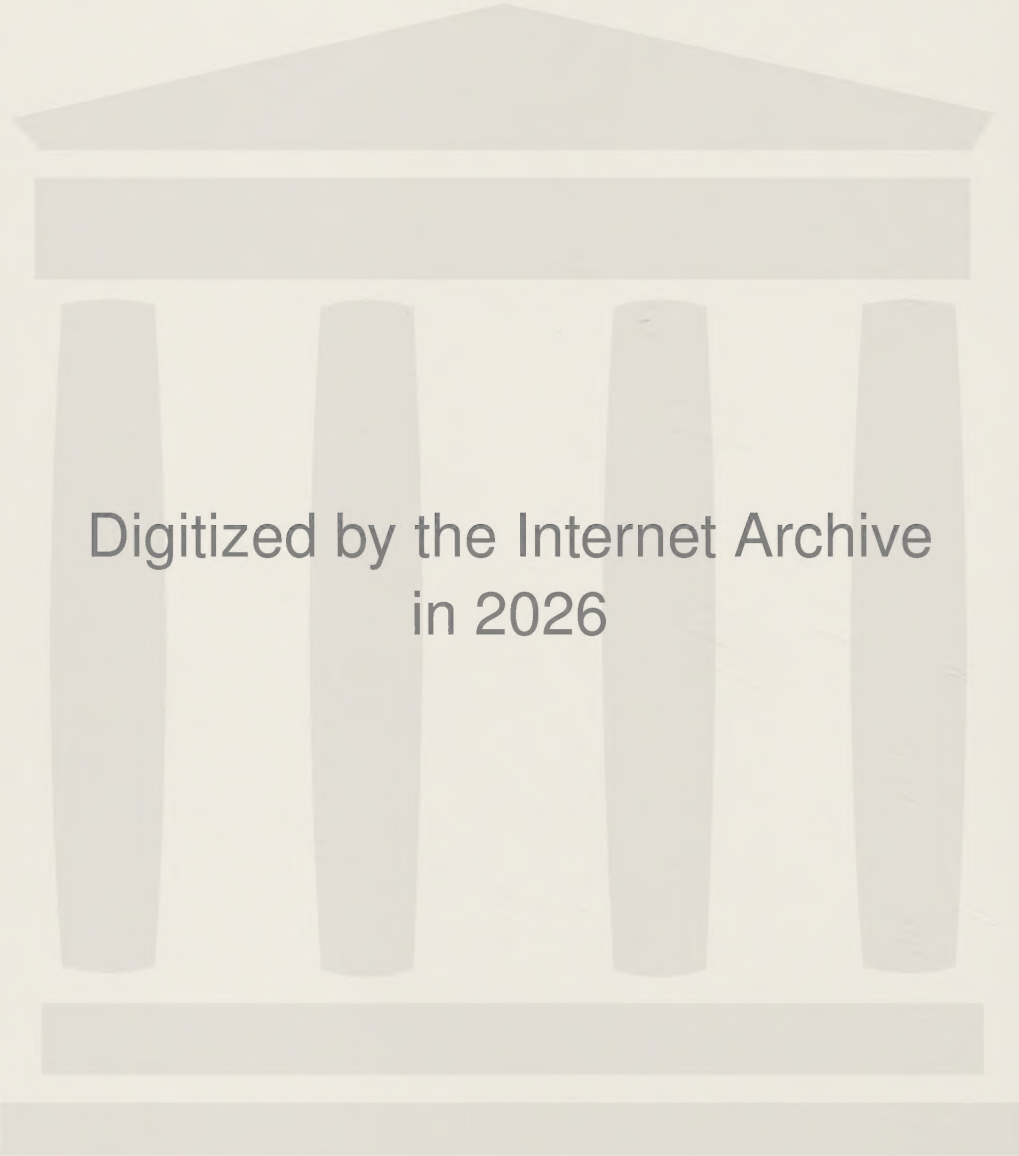
Membres du Jury :

Président : M. DAVOINE

Examineurs : MM. CHAMPIER
HERPIN
JANOT

UDART & CLÉMENT
RELIEURS

11, Rue Sainte-Anne, 11
Tél. 52.80.09 -:- NANCY



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41551919_0022

THESES

présentées à la

FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE NANCY

pour obtenir le titre de

DOCTEUR - INGÉNIEUR

par

C. ESCARAVAGE

Ingenieur Civil des Mines

PREMIÈRE THÈSE

**Déformation par glissement sur le plan de base
de monocristaux de la solution solide magnésium-indium.**

DEUXIÈME THÈSE

PROPOSITION DONNÉE PAR LA FACULTÉ

Soutenues le

1969, devant la commission d'examen

Membres du Jury :

Président : **M. DAVOINE**

Examineurs : **MM. CHAMPIER
HERPIN
JANOT**

THÈSE

présentée à la

FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE NANCY

pour obtenir le titre de

DOCTEUR - INGÉNIEUR

par

C. ESCARAVAGE

Ingénieur Civil des Mines

PREMIÈRE THÈSE

Déformation par glissement sur le plan de base
de monocristaux de la solution solide magnésium-indium.

DE THÈSE



PROPOSITION DE PAR LA FACULTÉ

1967, devant la commission d'examen

Soutenue le

Membres du Jury :

M. DAVOINE
M. CHARRIER
M. JACOT

ANNEE SCOLAIRE 1968/69

DOYEN : M. AUBRYASSESEUR : M. GAYDoyens honoraires : MM. CORNUBERT - ROUBAULTProfesseurs honoraires : MM. RAYBAUD - LAFFITTE - LERAY - JOLY - LAPORTE
EICHBORN - CAPELLE - GODEMENT - DUBREIL - L. SCHWARTZ - DIEUDONNE -
DE MALLEMAN - LONGCHAMBON - LETORT - DODE - GAUTHIER - GOUDET - OLMER
CORNUBERT - CHAPELLE - GUERIN - WAHLMaîtres de Conférences honoraires : MM. LIENHART - PIERRET - M^{le} MA-
THIEU.Professeurs

MM. ROUBAULT	Géologie	GAYET	Physiologie
VEILLET	Biologie Animale	HADNI	Physique
BARRIOL	Chimie Théorique	* BASTICK	Chimie
BIZETTE	Physique	DUCHAUFOR	Pédologie
GUILLIEN	Electronique	GARNIER	Agronomie
LEGRAS	Mécanique Rationnelle	NEEL	Chimie Organique Industrielle
BOLFA	Minéralogie	BERNARD	Géologie Appliquée
NICLAUSE	Chimie	* CHAMPIER	Physique
FAIVRE	Physique Appliquée	* GAY	Chimie Biologique
AUBRY	Chimie Minérale	STEPHAN	Zoologie
COPPENS	Chimie	* WERNER	Botanique
FRUHLING	Physique	EYMARD	Calcul différentiel & intégral
HILLY	Géologie	LEVISALLES	Chimie Organique
LE GOFF	Génie Chimique	FELDEN	Physique
SUHRER	Physique Expérimentale	* GOSSE	Mécanique Physique
CHAPON	Chimie Biologique	* DAVOINE	Physique (ENSMIM)
HEROLD	Chimie Minérale Industrielle	HORN	Physique (1 ^o Cycle)
SCHWARTZ B.	Exploitation Minière	* ROCCI	Géologie
MALAPRADE	Chimie	* M ^{me} LUMER	Mathématiques
* MANGENOT	Botanique	* CONDE	Zoologie
DUVAL	Chimie		
	N...		Chimie Biologique
	N...		Mécanique Appliquée
	N...		Chimie Physique
	N...		Analyse Supérieure
	N...		Méthodes Mathématiques de la Physique
	N...		Mécanique Rationnelle

(*) Professeur titulaire à titre personnel

MAITRES DE CONFERENCE JES

Mme BASTICK	Chimie P.C. EPINAL
MM. GUDEFIN	Physique
VUILLAUME	Psychophysiologie
FRENTZ	Biologie Animale
MARI	Chimie (ISIN)
AUROUZE	Géologie
DEVIOT	Physique du Solide
FLECHON	Physique P.C.
Mlle HUET	Mathématiques C.B.G.
VIGNES	Métallurgie
BALESSENT	Thermodynamique, Chimie appliquée (ENSIC)
BLAZY	Minéralogie Appliquée (ENSG)
JANOT	Physique P.C. EPINAL
JACQUIN	Pédologie et chimie agricoles
MAINARD	Physique M.P.
CACHAN	Entomologie appliquée (ENSA)
MARTIN	Chimie P.C.
PAULMIER	Mécanique Expérimentale
PROTAS	Minéralogie
JOSEFOWICZ	Physico-chimie
JURAIN	Géologie C.B.G.
RIVAÏL	Chimie appliquée (CUCES)
VILLERMAUX	Génie Chimique
METCHE	Biochimie appliquée (brasserie)
PAIR	Mathématiques appliquées
BAUMANN	Physique 1 ^o Cycle
DURAND	Physique
GRANGE	Physique (ISIN)
DEPAIX	Probabilités et statistiques
BAVEREZ	Chimie (ENSIC)

N...	Mécanique des fluides (ISIN)
N...	Mécanique (ISIN)
N...	Mathématiques
N...	Mathématiques P.C.
N...	Mathématiques C.B.G.
N...	Physiologie animale
N...	Mathématiques M.P.
N...	Exploitation minière (ENSMIM)

Ce travail a été effectué au Laboratoire de Physique du Solide de l'Ecole Nationale Supérieure de la Métallurgie et de l'Industrie des Mines de Nancy sous la direction de Monsieur G. CHAMPIER. Pour son enseignement, ses conseils et son aide, je lui exprime ma profonde gratitude.

Je remercie Monsieur F. DAVOINE d'avoir accepté de présider ce Jury.

Mes remerciements s'adressent également à Monsieur C. JANOT et Monsieur A. HERPIN qui ont bien voulu participer à ce Jury.

Au cours de ce travail, j'ai particulièrement apprécié l'esprit d'équipe et l'aide de Messieurs BACH, PIERCY et de tous les chercheurs et techniciens du Laboratoire de Physique du Solide de l'E.N.S.M.I.M.

TABLE DES MATIERES

	page
CHAPITRE I - Généralités sur la déformation plastique des métaux hexagonaux et de leurs solutions solides	1
1.1 - La déformation des métaux hexagonaux	1
1.2 - La déformation du magnésium pur.	2
1.3 - La déformation des solutions solides de magnésium.....	4
1.4 - La déformation de la solution solide d'indium dans le magnésium.....	5
 CHAPITRE II - Techniques expérimentales.	 9
2.1 - Fabrication de l'alliage.	10
2.2 - Croissance des monocristaux.	10
2.3 - Mise en forme des éprouvettes.	12
2.4 - Essai de traction.	13
2.5 - Trempe.	14
 CHAPITRE III - Résultats expérimentaux.	 15
3.1 - Obtention de la courbe contrainte-déformation.	16
3.2 - Les courbes de déformation des monocristaux de magnésium pur.....	17
3.3 - Les courbes de traction de l'alliage magnésium-indium.....	21
3.4 - Le crochet de traction.	22
3.5 - La cisssion critique résolue sur le plan de base.....	23
3.6 - Le coefficient de durcissement dans le stade I.	26
3.7 - Les observations au cours de la traction dans le stade I.....	28
3.8 - Le domaine des grandes déformations ($\epsilon > 1$)	28
3.9 - La déformation à chaud ($T > 300^\circ \text{ K}$).	30
3.10 - Mesure de l'énergie et du volume d'activation.	31

	page
CHAPITRE IV - Discussion des résultats.	36
4.1 - L'énergie de liaison soluté-dislocation.	38
4.1.1 - Contribution due à l'effet de taille isotrope.....	38
4.1.2 - Contribution due à l'effet de taille anisotrope.....	39
4.1.3 - Contribution due à la différence de modules élastiques.....	40
4.1.4 - Energie de liaison.	42
4.2 - Adoucissement géométrique.	42
4.3 - Le crochet de traction et la propagation de la "bande de Lüders".....	44
4.4 - La cission critique résolue sur le plan de base.....	48
4.4.1 - Signification physique de τ_0 .	48
4.4.2 - L'action des atomes isolés sur le mouvement des dislocations.....	49
4.4.3 - L'action d'une rangée d'atomes solutés sur la dislocation.....	50
4.4.4 - L'influence de la densité de dislocations sur la contrainte critique.....	52
4.5 - L'instabilité de la cission dans le domaine de température (350-500° K).....	54
4.6 - L'existence d'un second stade de la déformation.....	55
CONCLUSION.	57
BIBLIOGRAPHIE.	59
TABLEAUX.	
FIGURES.	
PHOTOGRAPHIES.	

C H A P I T R E I

GENERALITES SUR LA DEFORMATION PLASTIQUE
DES METAUX HEXAGONAUX COMPACTS ET DE LEURS
SOLUTIONS SOLIDES

1.1 - LA DEFORMATION DES METAUX HEXAGONAUX.

La structure des métaux hexagonaux est obtenue par un empilement à deux couches d'atomes ABAB, la projection de l'atome B sur la couche A venant au centre de gravité du triangle formé par trois atomes A voisins. La maille élémentaire comporte ainsi deux atomes. Elle est bâtie sur deux vecteurs égaux ($\vec{a}$ et $\vec{b}$) faisant un angle de 120° et un vecteur perpendiculaire ($\vec{c}$). $\frac{c}{a}$ vaut $\sqrt{8/3}$ dans le cas d'un empilement compact de sphères (fig. 1).

La déformation de ces métaux a fait l'objet de nombreuses études. Elle se caractérise par la présence de plusieurs familles de plans de glissement. On a recensé (DUPOUY, POIRIER (1967) - PRICE (1963)) :

- le glissement sur le plan de base (0001)
- le glissement sur les plans prismatiques ($10\bar{1}0$)
- le glissement sur les plans pyramidaux $\{10\bar{1}1\}$
- le glissement sur les plans pyramidaux $\{11\bar{2}2\}$

Les trois premiers se font dans les directions de glissement $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ qui correspond aux trois plus petits vecteurs de translation du réseau. Le dernier a lieu dans les directions $\langle 11\bar{2}3 \rangle$.

Mais pour un métal donné les différents systèmes n'apparaissent pas aussi facilement. Le cadmium ($c/a = 1,88$) a le plan de base comme plan de glissement principal, le zinc ($c/a = 1,86$), le magnésium ($c/a = 1,62$) et le beryllium ($c/a = 1,57$) aussi. Mais le titane et le zirconium ($c/a = 1,59$) se déforment principalement par glissement sur les plans prismatiques. Les autres systèmes de déformation de chaque métal apparaissent dans les polycristaux où

règnent des concentrations de contraintes (rencontre de joints de grains) ou dans les monocristaux d'orientation particulière. A température nettement supérieure à l'ambiante, plusieurs systèmes de glissement peuvent fonctionner simultanément.

D'un métal à l'autre le rapport $\frac{c}{a}$ varie : les métaux hexagonaux ne sont pas parfaitement compacts. Mais cette dilatation ou contraction du réseau dans la direction perpendiculaire au plan de base n'explique pas le changement de plan de glissement principal puisque le béryllium se déforme surtout par glissement sur le plan de base comme le cadmium.

1.2 - LA DEFORMATION DU MAGNESIUM PUR.

Pour bien isoler les propriétés plastiques du glissement sur le plan de base du magnésium, les études ont porté sur les monocristaux (SCHMID, SIEBEL, 1931). Le glissement sur le plan de base est seul présent pour des éprouvettes dont l'axe de traction fait avec le plan de base un angle χ_0 compris entre 6 et 75° à la température ambiante, 12 et 75° aux températures supérieures (RUHLICKE, 1965).

La déformation des monocristaux de magnésium pur donne une courbe de traction (fig. 2) analogue à celle des métaux cubiques à faces centrées. Après le domaine élastique, à partir d'une contrainte de 70 g/mm^2 , la cisssion varie linéairement avec le glissement (déformation résolue dans la direction de glissement). La pente de ce stade ou coefficient de durcissement est variable selon les auteurs : elle est de l'ordre de $2 \times 10^{-5} \mu$ à $2 \times 10^{-4} \mu$ (μ module de cisaillement). La longueur de ce premier stade varie aussi selon les auteurs. Elle peut atteindre des glissements de 2,4 (BASINSKI, 1960), (SHARP, CHRISTIAN, 1965 - HIRSCH, LALLY, 1965). La pente peut donc être plus faible et le stade de glissement facile plus long que dans les métaux cubiques à faces centrées. Un deuxième stade de pente plus forte, $6 \times 10^{-4} \mu$, succède à ce premier stade (BOCEK, 1963). Un troisième stade

a été signalé pour les températures dépassant 300° K (BOCEK, HOTZSCH, SIMMEN, 1964) mais selon YOSHINAGA, HORIUCHI, (1962) il n'y a qu'un seul stade au-dessus de 200° C.

Les résultats pour le coefficient de durcissement $\partial\tau/\partial g$ sont trop dispersés pour donner lieu à une interprétation concluante quant au mécanisme de durcissement. D'autres paramètres ont été choisis : BASINSKI (1960) a observé les changements de contrainte dus à un changement de vitesse de déformation entre 4,2° K et 248° K. La conclusion est que le mécanisme qui s'oppose au glissement est le même que dans les métaux cubiques à faces centrées : le mécanisme d'intersection des dislocations.

CONRAD, ARMSTRONG, WIEDERSICH, SCHOECK (1961) ont effectué des essais de traction avec variation brusque de la température et de la vitesse de déformation $\dot{g}$. La valeur de $\partial\tau/\partial \log \dot{g}$ coïncide avec les résultats antérieurs d'expériences de fluage (CONRAD, ROBERTSON, 1957-1958). L'énergie d'activation calculée à partir de ces résultats croît linéairement avec la température de 0 à 16,3 kcal depuis 0° K jusqu'à 320° K : elle coïncide avec la valeur calculée à partir des expériences de fluage (CONRAD, HAYS, SCHOECK, WIEDERSICH, 1961). Cette mesure s'interprète également par un mécanisme activé d'intersection de dislocations, comme dans les métaux cubiques à faces centrées. Une dislocation en mouvement dans son plan de glissement doit couper un certain nombre de dislocations en mettant en jeu l'énergie de formation des crans de 14 à 16 kcal. Des expériences de fluage sous contrainte croissante à différentes températures (SHEELY, NASH, 1960) ont donné une valeur de l'énergie d'activation un peu plus faible : 0,6 eV, mais pour ces auteurs le mécanisme activé est toujours l'intersection des dislocations.

Des expériences plus récentes (HIRSCH, LALLY, 1965 - SHARP, MAKIN, CHRISTIAN, 1965) de traction de monocristaux suivies d'observations au microscope électronique de lames minces de différentes orientations ont mis en doute ce résultat. La quasi-totalité

des dislocations observées aux différents stades de la déformation sont situées dans des plans de base (0001). La majorité des dislocations ont le vecteur de Burgers correspondant à la direction de : glissement primaire (direction de glissement dans laquelle le facteur de Schmid, donc la cission, est le plus grand). Il y a donc peu d'intersections et la contrainte doit permettre aux dislocations de franchir les obstacles constitués par des dislocations de signes opposés, situées dans les plans de glissement voisins (dipoles) ou par des groupes de dislocations créant un champ de déformation à courte et longue distance (multipoles). Une moyenne de 70 dislocations peuvent glisser par plans de glissement d'après la hauteur des lignes de glissement en surface.

Des essais de traction sous vide et sous atmosphère contrôlée (WILLIAMS, NELSON, 1965) ont montré que l'effet de la surface ou de la pression est peu important surtout aux faibles vitesses de déformation et dans le premier stade linéaire de la déformation.

1.3 - LA DEFORMATION DES SOLUTIONS SOLIDES DE MAGNESIUM.

Des solutions solides de substitution ayant le magnésium comme solvant ont également été étudiées par essais de traction. Les polycristaux contenant du lithium, du zinc, du cadmium, du mercure, de l'argent, du tantale, de l'indium, du bismuth, de l'aluminium (HAUSER, LANDON, DORN, 1958) ont des courbes de traction à coefficient de durcissement semblable à ceux du magnésium, exception faite de l'alliage à 14% at de lithium où le coefficient $\partial\sigma/\partial\varepsilon$ est plus faible. L'indium, le cadmium et l'argent alliés au magnésium augmentent la contrainte pour une déformation donnée (à 5% at d'indium, l'augmentation est de 80% à la température ambiante, 40% à 77° K) ; mais la forme de la courbe de traction est analogue à celle des polycristaux de magnésium de même grosseur de grain: il n'y a pas de crochet de traction, les coefficients de durcissement sont comparables, le glissement sur le plan de base est seul actif à la température ambiante, il se forme aussi des macles. Les traces de

glissement sur d'autres plans ne sont visibles qu'après déformation à -200° C.

LEVINE, SHEELY, NASH (1959) ont mesuré par application de charges croissantes, la contrainte nécessaire pour déformer plastiquement des monocristaux de magnésium pur et alliés avec du zinc, de l'aluminium, du thallium, du cadmium, de l'indium à la température ambiante et pour des concentrations inférieures à 1% at. La cission critique croît avec la concentration ; le thallium, l'indium et le cadmium ont un effet moins important que les autres éléments. Le même type d'essais à diverses températures de 77° K à la température ambiante, sur des monocristaux contenant du thorium et de l'indium à 0,01% at. et 0,04% at. confirment ce résultat : l'indium a un rôle durcissant net à basse température mais il est faible (Fig. 2).

Quelques expériences ont été menées sur des monocristaux de concentration plus élevée : BOCEK, SCHARF, MANNEL, ZOUHAR (1965) ont trouvé que la cission critique de monocristaux de magnésium contenant jusqu'à 1,85 at. % de cadmium variait paraboliquement avec la concentration. Des essais de traction de monocristaux de l'alliage à 12,5% at. de lithium (QUIMBY, MOTE, DORN, 1962) ont donné principalement du glissement sur le plan de base ; la cission critique résolue sur le plan de base a été mesurée en fonction de la température de l'essai : elle est dix fois plus forte que pour le magnésium pur à la température ambiante, l'augmentation est encore plus importante à 77° K.

L'effet des atomes dissous sur le glissement dans le plan de base du magnésium et de ces alliages est toujours un durcissement (élévation de la limite élastique et des contraintes pour une déformation plastique donnée à toutes températures) et cette augmentation est d'autant plus importante que la température est plus basse. L'effet de taille qui tient compte du champ de déformation autour d'un atome de rayon différent de celui des atomes de la matrice est quantitativement l'effet le mieux connu : une énergie de liaison atome de soluté-dislocation peut être calculée par in-

teraction élastique avec le champ de contrainte de la dislocation. L'effet de taille de l'atome étranger se manifeste aussi par la modification des paramètres du réseau cristallin (HARDIE, PARKINS, 1956-1957). LEVINE, SHEELY, NASH (1959) ont donc porté en coordonnées logarithmiques l'augmentation de contraintes rapportées à l'augmentation de concentrations $\partial\sigma/\partial C$ en fonction de la variation relative du paramètre $l/a_x da/dC$. Leurs points s'alignent sur deux droites : l'une contient l'aluminium, le zinc et le cadmium, l'autre le thallium et l'indium. L'augmentation de cission critique due au thorium s'explique également par l'effet de taille, mais on constate :

- que les éléments d'addition qui modifient peu le paramètre, lithium indium, thallium, cadmium augmentent la cission critique de façon sensible ; il reste un effet résiduel en dehors de l'effet de taille,
- que le cadmium et surtout le lithium à forte concentration modifient d'un ordre de grandeur les contraintes nécessaires au glissement sur le plan de base. L'effet de taille, très faible, explique, selon QUIMBY, MOTE et DORN (1962) les crochets de traction qu'ils ont observé mais il faut un autre modèle pour interpréter l'augmentation de cission critique à froid et à la température ambiante.

La très forte contrainte critique observée pour le glissement sur le plan de base dans la phase intermédiaire hexagonale β AgAl (MOTE, TANAKA, DORN, 1961) ne peut pas non plus être attribuée à l'effet de taille car l'argent et l'aluminium ont des rayons atomiques très voisins.

1.4 - LA DEFORMATION DE LA SOLUTION SOLIDE D'INDIUM DANS LE MAGNESIUM.

Pour préciser les mécanismes responsables des propriétés mécaniques de ces alliages, nous avons choisi de déformer par traction des monocristaux de magnésium contenant de 0,5 à 10% at. d'indium. Cette solution solide dont le diagramme d'équilibre est représenté à la figure 3 s'étend sur un domaine de concentration important (12,3 at.

% à la température ambiante). De plus, les rayons atomiques (Mg : 1,605 Å ; In : 1,625 Å) sont les plus voisins possibles. Le volume par atomes des deux métaux à l'état pur est proche (les rayons de WIGNER diffèrent de 4%) et l'introduction d'indium modifie assez peu les paramètres cristallins (Von BATCHELDER, RAUENHLE, 1957 - HARDIE et PARKINS, 1959) : si le paramètre a décroît linéairement lorsque la concentration augmente ($I/a \times da/dC = 3,9 \times 10^{-4} (\%)^{-1}$), le paramètre c décroît d'abord puis croît mais ses variations dépassent à peine le triple de la précision des mesures. Le rapport c/a passe ainsi de 1,6235 pour le magnésium pur à 1,6315 pour 10,57 % at. d'indium.

Dans cette solution solide l'effet de taille est donc le moins important possible : les expériences antérieures ont montré cependant que l'indium augmente la limite élastique du magnésium. Nous avons voulu vérifier que cet effet se confirmait pour des concentrations plus élevées : la variation de la cisssion critique en fonction de la concentration en indium apportera la preuve de l'influence de l'indium sur le glissement sur le plan de base. L'étude des différents paramètres de la courbe de traction (crochet de traction, cisssion critique, coefficient de durcissement, stade au glissement élevé, $g > I$) pour deux domaines de concentrations ($2,75 < C < 4\%$ at., $4,50 < C < 6,5\%$ at.), l'évolution de ces paramètres avec la température permettront de discuter les différents mécanismes. Le calcul de l'énergie et du volume d'activation pour le glissement découle de la mesure de l'influence de la température et de la vitesse de déformation sur la cisssion critique ou sur la cisssion pour une déformation plastique donnée : ces grandeurs seront comparées avec les valeurs théoriques que donne chaque modèle. La discussion s'appuiera sur la comparaison avec les résultats obtenus par déformation d'éprouvettes de magnésium pur car les mécanismes actifs dans le magnésium pur, tel que l'intersection des dislocations, peuvent jouer un rôle dans la déformation de l'alliage.

Nous discuterons également l'effet de l'ordre à courte distance puisque pour une teneur de 12,3% at. d'indium, un degré d'ordre à courte distance α_1 égal à -0,12 a été mesuré par diffusion

des rayons X par une poudre métallique (KIDRON, RUDMAN, 1963) indiquant que parmi les 12 premiers voisins d'un atome Mg il y a 1,66 at. d'indium en moyenne au lieu de 1,48 si la solution solide était complètement désordonnée. Les douze positions des premiers voisins sont équivalentes dans cet alliage puisque pour cette concentration c/a a la valeur idéale $\sqrt{8/3}$.

C H A P I T R E I I

TECHNIQUES EXPERIMENTALES

2.1 - FABRICATION DE L'ALLIAGE.

Nous avons préparé des alliages de magnésium et d'indium de concentrations comprises entre 0,5 et 10% atomiques à partir d'indium 99,999% et de magnésium 99,99% en poids fourni par KOCH-LIGHT Ltd par fusion sous atmosphère d'argon desséché dans des creusets en graphite très pur. Malgré ces précautions, une perte de masse de 0,3 à 0,4% a été constatée. Elle est due à la vaporisation de ces métaux sur les parois du tube de travail. Les dosages ont montré que la vaporisation du magnésium prédominait. Ils ont également montré qu'il y avait décantation de l'indium plus lourd dans la partie inférieure du lingot. Les échantillons destinés à la croissance des monocristaux ont donc été prélevés par des coupes verticales.

Etant donné la vaporisation, il était indispensable de doser les échantillons et les éprouvettes ayant subi l'essai de traction. Le dosage complexométrique de l'indium se fait par dissolution dans l'acide chlorhydrique, neutralisation dans la soude, établissement d'une solution tampon avec l'acide acétique. L'E.D.T.A. (Ethyldiaminetétracétique) est ajouté en présence d'un indicateur coloré marquant la fin de la réaction de l'E.D.T.A. sur l'indium.

2.2 - CROISSANCE DES MONOCRISTAUX.

Les monocristaux ont été préparés dans un four à résistance à 750° C. Le four se déplace verticalement, le tube de mullite ou d'acier contenant le creuset est fixe. Les supports en cuivre des creusets assurent un gradient de température qui contrarie la surfusion structurale et empêche la formation de germes solides au-dessus de l'interface liquide/solide (Méthode de Bridgman). Les creusets utilisés en graphite à 10 ppm d'impureté se composent de 4 parties (Fig. 4).

Le métal coule depuis le récipient constituant la partie supérieure du creuset dans le moule en deux parties. Dans ce moule le logement du cristal est un parallélépipède de section $3 \times 5 \text{ mm}^2$ et de longueur 220mm. Nous avons opéré sous atmosphère d'argon desséché, après dégazage à 550°C de l'enceinte contenant le creuset.

A partir d'une pointe ménagée à la partie inférieure du creuset, nous n'avons pu préparer que des monocristaux de magnésium pur. La croissance de monocristaux d'alliages de magnésium et d'indium a été obtenue à partir de germes monocristallins de magnésium pur placés dans la partie inférieure du creuset. Un grand nombre de cristaux obtenus présentent une désorientation par rapport au germe. Certains ont une relation d'orientation de maclage avec lui. Un nettoyage mécanique des surfaces et un long temps de contact ont permis de réaliser des monocristaux de même orientation que le germe.

Deux vitesses de translation du four (8mm par heure et 2mm/h) ont été utilisées. La seconde a donné une meilleure proportion de monocristaux. Pour des concentrations dépassant 6% at. l'obtention de monocristaux est beaucoup plus difficile et beaucoup possèdent des sous-grains longitudinaux.

Les courbes de variation de concentrations (Fig. 5) le long des échantillons monocristallins montrent deux phénomènes contradictoires : - l'indium dans l'alliage liquide a tendance à se décanter dans la partie inférieure du creuset,

- le coefficient de partage assez élevé ($k = 2,1$) implique lors de la solidification un enrichissement du liquide en indium et une augmentation de concentration dans la partie supérieure de l'éprouvette.

Nous avons découpé par électro-érosion des éprouvettes de 70mm de long : un barreau fournit deux éprouvettes après rejet des extrémités. La présence de ce gradient de concentration est une cause

d'imprécision des résultats, mais la vaporisation du magnésium sur les parois froides du tube de travail est telle que le passage du four en sens inverse le long du barreau n'améliorerait pas l'homogénéité des monocristaux.

Les monocristaux de magnésium pur ont été préparés de trois façons pour permettre la comparaison avec l'alliage :

a) en four horizontal à une vitesse de 10mm/h en section de 1cm^2 , plusieurs éprouvettes étant taillées aux mêmes dimensions que les éprouvettes d'alliage, par électro-érosion, dans un même barreau.

b et c) en four vertical de façon semblable aux éprouvettes d'alliage avec des vitesses de translation de 8 et 2mm/h.

2.3 - MISE EN FORME DES EPROUVETTES.

Il est nécessaire de polir les surfaces brutes de coulée. Nous avons utilisé un polissage chimique par passage d'une bande mince d'acier inoxydable. La solution ainsi constamment renouvelée était composée d'acide nitrique 20%, d'alcool méthylique 40%, d'acétone 40%. La section réduite par ce polissage est environ de $2,5 \times 4 \text{ mm}^2$.

La section est constante à 5% près dans la partie médiane de l'éprouvette.

Pour effacer les traces d'écrouissage dues au démoulage et au polissage des éprouvettes, pour les homogénéiser aussi nous les avons recuites sous atmosphère d'argon pendant trois jours à 500° C. Un décapage léger et l'immersion dans un bain à base d'anhydride chromique suivis d'un rinçage à l'eau permettent de conserver un état de surface apte à l'observation métallographique.

Après l'essai de traction, nous avons dosé des échantillons prélevés dans chaque tête de l'éprouvette monocristalline. L'écart entre les extrémités varie suivant les échantillons, notamment selon

la durée totale de fusion nécessitée par les opérations de fabrication des monocristaux. Cet écart est en moyenne de 0,3% atomique et ne dépasse pas 1% pour les éprouvettes de concentration moyenne inférieure à 6% at. Les éprouvettes plus riches en indium présentent des écarts plus grands, ce qui explique la difficulté d'obtenir des monocristaux pour ces concentrations.

L'orientation des cristaux a été déterminée aux deux extrémités de la partie utile de l'éprouvette par la méthode de Laue, en réflexion. On peut en estimer la précision à $\pm 1^\circ$. On peut ainsi repérer les éprouvettes ayant subi une torsion qui se marque par une désorientation de quelques degrés entre les extrémités.

2.4 - ESSAI DE TRACTION.

Pour les températures inférieures à 80° C, nous avons collé les éprouvettes entre deux plaquettes en duralumin avec de l'araldite. Le collage se fait sur 20mm à chaque extrémité et il reste 30mm de partie utile (Fig. 5). Des plaques serrées par des vis empêchent la flexion ou la torsion de l'éprouvette au cours du montage sur la machine de traction.

Pour les températures plus élevées, nous avons serré les éprouvettes dans des mors en duralumin. Malgré ce serrage, la déformation n'a pas lieu près des fixations et la courbe de traction est valable jusqu'à proximité de la rupture. L'éprouvette est placée sur la traverse mobile de la machine de manière à permettre son immersion dans des bains réfrigérants. La liaison à la machine INSTRON se fait par des tiges et des clavettes permettant les rotations. A la partie inférieure de l'éprouvette la rotation d'une bille dans un cône remplace le cardan de la traverse mobile de la machine. Ce montage permet l'alignement correct de l'éprouvette en traction.

Les tractions ont été faites à la température ambiante dans l'azote liquide et dans un bain à 210° K environ composé d'acétone et de glace carbonique. Le montage d'un cryostat comportant une

enceinte pour le liquide réfrigérant et une résistance montée sur un cylindre de cuivre entourant l'éprouvette et alimentée par l'intermédiaire d'un pyrectron a permis de faire des tractions à des températures intermédiaires avec un gradient inférieur à 10° d'une extrémité de l'éprouvette à l'autre. La détermination de la contrainte critique est possible mais en fin de traction, lorsque l'éprouvette a doublé ou triplé sa longueur, il arrive qu'une partie sorte de la zone de température homogène. Pour les études à chaud, nous avons utilisé un bain d'huile de paraffine chauffé par une résistance à alimentation régulée.

La vitesse de déplacement de la traverse mobile utilisée est $50 \mu\text{m}/\text{min}$, ce qui correspond à une vitesse de traction non résolue de $2,8 \times 10^{-5} \text{s}^{-1}$ pour les trente millimètres de l'éprouvette. Des changements de vitesse de traction (multiplication par dix) ont été faits au cours de la traction pour étudier l'influence de la vitesse de traction sur la contrainte.

Par des tractions avec variation des températures on a mesuré la variation de la contrainte pour une déformation donnée en fonction de la température sur des échantillons ayant la même microstructure. D'une éprouvette à l'autre, en effet, il est difficile de s'assurer que l'état initial est le même à l'échelle microscopique.

2.5 - TREMPE.

A titre de comparaison avec les éprouvettes déformées après recuit, nous avons trempé quelques éprouvettes depuis 500°C . Le chauffage se fait sous balayage d'argon et la trempe est obtenue par chute de l'éprouvette dans l'huile de paraffine.

C H A P I T R E I I I

R E S U L T A T S E X P E R I M E N T A U X

3.1 - OBTENTION DE LA COURBE CONTRAINTE/DEFORMATION.

La machine de traction enregistre la force P appliquée à l'éprouvette en fonction du déplacement de la traverse mobile. Avec l'hypothèse d'un seul système de glissement, la courbe résolue donnant en fonction du glissement g la cission τ sur le plan et dans la direction de glissement se calcule par :

$$\varepsilon = \frac{\sqrt{(I+e)^2 - \sin^2 \lambda_0} - \cos \lambda_0}{\sin \chi_0}$$

$$\tau = \frac{P \sin \chi_0}{S_0} \times \frac{\sqrt{(I+e)^2 - \sin^2 \lambda_0}}{I + e}$$

λ_0 et χ_0 sont les angles de l'axe de traction respectivement avec la direction et le plan de glissement avant toute déformation. S_0 la section droite initiale de l'éprouvette et e l'allongement relatif de l'éprouvette.

Cette hypothèse du glissement unique correspond mieux à la réalité pour les métaux hexagonaux que pour les métaux cubiques à faces centrées. Au cours de la déformation, l'axe de traction tend à s'orienter dans la direction du glissement $[11\bar{2}0]$ pour laquelle la cission est la plus forte : c'est le coin inférieur du triangle standard de la projection stéréographique contenant l'axe de traction (Fig. 6a) Expérimentalement les orientations du cristal déterminées avant déformation et après rupture (Fig. 6b) confirment ce résultat.

Au cours de cette rotation de l'axe de traction, les facteurs de SCHMID pour les deux autres systèmes de glissement ayant également le plan de base (0001) pour plan de glissement restent toujours inférieurs aux facteurs de SCHMID pour le système de glissement primaire (Fig. 7). Cela justifie encore l'hypothèse du glissement unique.

3.2 - LES COURBES DE DEFORMATION DES MONOCRYSTAUX DE MAGNESIUM PUR.

Entre 77° K et 420° K nous avons déformé des éprouvettes monocristallines de magnésium de différentes orientations pour les comparer aux courbes de traction déjà publiées (BASINSKI, 1960 - HIRSCH et LALLY, 1965 - SHARP et CHRISTIAN, 1965). Les courbes obtenues à la température ambiante et à 77° K sont représentées aux figures 8 et 9. Comme les autres auteurs l'ont signalé, elles ne se ramènent pas à un type unique. Les deux paramètres invoqués pour expliquer cette dispersion sont l'orientation et la microstructure qui résulte de la vitesse de croissance des monocristaux ; la pureté du métal utilisé peut également intervenir.

Après le domaine élastique, pour des glissements de deux ou trois pour cent commence le stade I, dit de glissement facile, où la courbe cisssion-glissement est bien représentée par une droite déterminée par son ordonnée à l'origine et sa pente ou coefficient de durcissement. Ce stade I se raccorde au domaine élastique par un domaine de transition où la cisssion est une fonction parabolique du glissement. La longueur du stade I varie également d'une éprouvette à l'autre. Le stade II, de coefficient de durcissement plus élevé, succède au stade I et conduit à la rupture. Nous allons étudier successivement les différents domaines de la courbe de traction et étudier la dispersion des différentes grandeurs qui les caractérisent.

Nous appellerons cisssion critique τ_0 l'ordonnée à l'origine de la partie linéaire de glissement facile de la courbe de traction. Pour les diverses orientations, les valeurs de τ_0 varient de 82 à 120 g/mm² à 77° K de 58 à 88 g/mm² à la température ambiante. (Fig. 10a et b).

Une éprouvette déformée à T = 300° K a donné $\tau_0 = 104 \text{ g/mm}^2$. Nous présumons qu'elle a été prédéformée lors du montage sur la machine de traction car elle ne présente pas de domaine de transition

entre le domaine élastique et le stade I. Ce cas mis à part, ainsi que le cas des éprouvettes présentant des macles avant toute déformation, une influence de l'orientation se dessine sur la Fig. 10 : aux deux températures considérées, les valeurs les plus faibles sont obtenues pour χ_0 compris entre 30 et 40° ; les valeurs correspondant à χ_0 grand ($\chi_0 > 60^\circ$) ou petit ($\chi_0 < 20^\circ$) peuvent être de 30% plus fortes. L'influence de λ_0 est moins nette : on ne constate pas d'augmentation de τ_0 près du côté $[0001]$ $[10\bar{1}0]$ du triangle standard où le facteur de SCHMID pour le système de glissement secondaire est le plus grand.

Compte-tenu de cette dispersion, on peut constater que τ_0 décroît lorsque la température croît de 77° K à 320° K (Fig. 11). Entre 320° K et 400° K, τ_0 reste pratiquement constant et recommence ensuite à décroître. Cette influence de la température a été confirmée par des essais avec variation de température sur une même éprouvette.

La cission pour une déformation donnée dépend également de la vitesse de déformation, comme le prouve l'augmentation de contrainte provoquée par une multiplication d'un facteur 10 de la vitesse de déformation (Tableau I). La variation de la vitesse de déformation résolue pour des éprouvettes d'orientation différente est également un facteur de dispersion pour la cission critique.

On peut encore définir la cission critique τ_0 comme la valeur de la cission à la fin du domaine élastique. La valeur obtenue dans ces conditions est inférieure de 20% environ à la valeur que nous avons définie précédemment. Cette différence de définition explique les écarts des valeurs des cissions critiques trouvées et de celles reportées par SHEELY et NASH (1960).

Les pentes du stade de glissement facile sont représentées en fonction de l'orientation aux figures 12 a et 12b à 77° K et à la température ambiante. Ces valeurs sont comprises entre 1 et

$2,1 \cdot 10^{-4} \mu$, $0,15$ et $0,75 \cdot 10^{-4} \mu$ respectivement. Les valeurs les plus faibles ont été mesurées sur des éprouvettes telles que $30 < \chi_o < 40^\circ$, l'éprouvette ayant donné $\theta_I \pm 0,64$ mise à part. En fait il est très difficile de mettre en évidence l'influence de l'orientation sur le coefficient de durcissement car la microstructure influe également sur ce coefficient. Deux remarques le prouvent :

- Mg 3 et Mg 21 ont des orientations assez voisines ($\chi_o > 60^\circ$) et des coefficients de durcissement très différents ($2,1$ et $1,3 \cdot 10^{-4} \mu$). La seconde a été obtenue avec une vitesse de croissance de 2mm/h et la première avec une vitesse de 1cm/h .

- une éprouvette monocristalline qui contenait des macles avant toute déformation a donné un coefficient de durcissement à la température ambiante de $1,9 \times 10^{-4} \mu$, valeur nettement supérieure aux valeurs mesurées en l'absence de macles.

La longueur du stade de glissement facile dépend également de l'orientation des éprouvettes (Fig. 12c : $T = 300^\circ \text{ K}$). Pour χ_o grand ($\chi_o = 70^\circ$) ou petit ($\chi_o < 20^\circ$) le glissement facile maximal est $g_I = 1$ alors que la déformation reste dans le stade I jusqu'à $g_I = 2,3$ pour des orientations telles que $30^\circ < \chi_o < 40^\circ$. Le résultat des expériences de traction de WILLIAMS et NELSON (1965) est du même type : avec des vitesses de déformation plus fortes ($\dot{\epsilon} = 0,061 \text{ mm}^{-1}$) ils ont obtenu des stades de glissement facile $g_I = 1,5$ et $g_I = 0,4$ pour des éprouvettes d'orientations respectives $\chi_o = 46^\circ$ et $\chi_o = 75^\circ$ déformées dans les mêmes conditions.

L'orientation n'est pas le seul paramètre à intervenir, la microstructure du monocristal subissant l'essai de traction joue également. Sur la figure 12c on constate que les éprouvettes Mg24 et Mg26 d'orientations voisines présentent des glissements g_I différents ; mais l'éprouvette Mg26 a été obtenue avec une vitesse de croissance de 2mm/h contre 8mm/h pour Mg24. Une étude systématique paraît cependant difficile car la vitesse de croissance des monocristaux n'est peut être pas le seul facteur qui détermine la microstructure.

Après ce stade intervient un stade de durcissement plus important dans les essais à une température inférieure à la température ambiante. Pour les essais à température plus élevée, la fin du stade I se déplace vers les glissements plus forts ; le stade II devient alors très difficile à distinguer du stade I. La rupture a lieu par glissement jusqu'à une section nulle pour g dépassant la valeur de 5. Il arrive que la force décroisse constamment depuis la limite élastique jusqu'à la rupture, ce qui correspond sur la courbe résolue à un coefficient de durcissement très faible.

Les lignes de glissement des photographies 1 et 2 observées au microscope optique sont les traces des plans de glissement sur la surface de l'éprouvette : le glissement a bien lieu sur les plans de base et les lignes se multiplient et s'approfondissent au cours de la déformation (les 2 photographies correspondent à $g=0,04$ et $g=0,2$).

Pour les glissements élevés ($g > 1$), au début de l'intervention du stade II, on peut constater macroscopiquement que la déformation devient hétérogène, avec apparition de pliage et de maclage ; cette hétérogénéité diminue lorsque la température croît. A chaud la déformation est plus homogène.

Les courbes de traction que nous avons obtenues avec les éprouvettes monocristallines sont tout-à-fait semblables à celles qu'ont publiées, pour la température ambiante, HIRSCH et LALLY (1965) en ce qui concerne les pentes des stades I et II. Ces auteurs avaient déjà signalé les glissements faciles élevés obtenus avec certains cristaux fabriqués à faible vitesse de croissance. La dispersion des valeurs de la cission critique est augmentée lorsqu'on déforme des éprouvettes d'orientations diverses mais pour une orientation donnée τ_0 n'est connu qu'à 20% près (SHARP et CHRISTIAN, 1965).

3.3 - LES COURBES DE TRACTION DE L'ALLIAGE MAGNESIUM-INDIUM.

Les courbes résolues pour des éprouvettes de même composition déformée aux mêmes températures ne se ramènent pas non plus à un type unique comme le montre les deux exemples de la figure 13. Les courbes de traction obtenues à 77° K et à 298° K sont représentées aux figures 14 et 15 ; pour $10^\circ < X_o < 70^\circ$ on peut distinguer trois types de courbes :

- des courbes dont le coefficient de durcissement est très fort dès le début ; sa valeur est comparable à celle des éprouvettes de magnésium pur contenant des macles. Dans ces éprouvettes une sous-structure a généralement été repérée.
- des courbes présentant deux stades, de coefficients de durcissement nettement différents comme le magnésium pur. Les éprouvettes de faibles concentrations sont de ce type. Le stade I dépasse toujours $g = 0,5$ et il atteint souvent la valeur $g = 1$.
- des courbes dont les stades I et II ne sont pas nettement distincts. Il n'y a pas de changement brutal de la pente de la courbe de traction. Sur les figures 14 et 15, sur la figure 16 montrant les courbes de traction à diverses températures d'éprouvettes de concentrations comprises entre 4,5 et 6,5% at. d'indium on constate qu'à toute température des glissements de l'ordre $g = 3$ ont été atteints.

Pour les trois types de courbes telles que $10^\circ < X_o < 70^\circ$, il y a un domaine où la courbe de traction est bien représentée par une droite. Pour $X_o > 70^\circ$ les courbes de traction sont très irrégulières (Fig. 17) ; la contrainte passe successivement par des maxima et des minima jusqu'à ce qu'une certaine déformation soit atteinte. Le pliage est important dès le début de la déformation pour ces éprouvettes dont l'axe de traction fait un angle élevé avec le plan de glissement. Pour $X_o < 10^\circ$ les glissements sur d'autres plans que le plan de base peuvent jouer un rôle : cette valeur-limite de X_o est plus élevée que celle qu'a donnée RUHLICKE (1965) pour le magnésium pur. Nous ne tiendrons pas compte des éprouvettes de

ces deux domaines d'orientation pour la mesure des grandeurs caractéristiques de la courbe de traction.

Nous allons décrire l'influence de différents paramètres (température, concentration, vitesse de traction, orientation, vitesse de croissance des monocristaux) sur les stades successifs de la déformation et sur les grandeurs caractéristiques déjà considérées à propos de la déformation du magnésium pur.

A la dispersion déjà présente dans les essais de traction des monocristaux de magnésium pur s'ajoute l'effet de la variation de concentration en indium le long de l'éprouvette. De plus, pour un même processus expérimental, les cristaux d'alliage ont un degré de perfection variable : un même monocristal peut être de bonne qualité à l'une de ses extrémités et contenir des sous-joints révélés par la division des taches du cliché de Laue en retour à l'autre extrémité. Il est néanmoins possible de mesurer la cission critique, de discuter l'influence de l'indium sur la courbe de traction des monocristaux.

3.4 - LE CROCHET DE TRACTION.

Les courbes présentant un crochet de traction ont été tracées après déduction de l'allongement du montage et de la machine. L'allongement parasite a été mesuré par traction d'une barre d'acier indéformable vis-à-vis de nos éprouvettes : pour une force de 20kg il est de l'ordre de 80 microns.

La présence du crochet de traction ne dépend pas de l'orientation ; on en trouve pour toutes les orientations correspondant à un glissement sur le plan de base seul.

La concentration des éprouvettes et la température de l'essai de traction déterminent la présence d'un crochet de traction. Si l'on repère les éprouvettes dans le plan (température de l'essai-concentration) (Fig. 18), on peut tracer une ligne séparant, à deux exceptions près, les éprouvettes présentant un crochet de traction de celles n'en présentant pas. Cette ligne passe par le point de concentration 1,1 % at.d'Indium à 77° K et à 3,3 à 298° K.

La figure 19 montre les crochets de traction des éprouvettes de concentration comprises entre 4,5 et 6,5% at.d'indium à différentes températures. On constate que les deux valeurs des limites élastiques, supérieures et inférieures, diminuent et se rapprochent lorsque la température croît. Au-dessus de 350° K, le phénomène d'instabilité de la contrainte, que nous étudierons plus loin, remplace le crochet de traction unique.

Pour une température donnée, les deux limites élastiques croissent avec la concentration en indium (Fig. 20). La forme du crochet de traction évolue, il devient de plus en plus aigu lorsque la concentration croît. La figure 21 représente l'amplitude du crochet de traction en fonction de la concentration des éprouvettes déformées à 77° K. $\tau_{\text{sup}} - \tau_{\text{inf}}$ augmente avec la concentration ; $\tau_{\text{sup}} - \tau_{\text{inf}}$ représente 15% de la limite élastique aux plus fortes concentrations étudiées (dans les métaux cubiques centrés $\Delta\tau$ peut atteindre 50% de la limite élastique). Le crochet de traction est donc assez plat ; après la limite élastique supérieure la contrainte décroît lentement jusqu'à des glissements de quelques unités pour cent. La fin du crochet de traction est difficile à déterminer.

3.5 - LA CISSION CRITIQUE RESOLUE SUR LE PLAN DE BASE.

Pendant le glissement facile la contrainte prend la valeur nécessaire pour permettre la déformation plastique à la vitesse imposée par la traverse mobile de la machine. Dans ce stade,

les cisssions pour une déformation donnée varient comme τ_0 , cisssion extrapolée pour un glissement nul. Cette définition de τ_0 permet de comparer les cisssions au début du glissement facile, pour le magnésium pur et pour l'alliage, indépendamment de la présence d'un crochet de traction ; τ_0 peut être mesuré pour les trois types de courbe de traction de l'alliage de magnésium et d'indium.

Les valeurs de τ_0 pour des éprouvettes de concentrations comprises entre 2,8 et 4% at. d'indium sont représentées selon leur orientation à la figure 22a pour les essais à 298° K, 22b pour les essais à 77° K. Dans le domaine $10^\circ < \chi_0 < 70^\circ$ on ne discerne pas d'influence de l'orientation sur τ_0 . La dispersion des résultats provient plutôt du fait qu'il a fallu choisir un domaine de concentration puisque la valeur de 178g/mm^2 a été mesurée sur une éprouvette à 3 at. % d'indium et les valeurs de 260 et 240 sur des éprouvettes à 3,8 % at. d'indium.

La variation de la cisssion critique résolue en fonction de la température est représentée aux figures 23 et 24 pour deux domaines de concentrations en indium, $4,5 < C < 6,5$ % at. d'une part, $2,8 < C < 4$ % at. de l'autre. τ_0 décroît nettement lorsque la température s'élève de 77° K à 300° K environ. Entre 300° K et 420° K l'influence de la température est plus faible : la variation de τ_0 dans ce domaine ne dépasse pas l'incertitude des mesures à la température ambiante. La température critique d'essai, pour laquelle l'influence de la température cesse, n'est pas sensiblement différente pour les deux concentrations étudiées. La comparaison avec les résultats obtenus pour le magnésium pur montre que non seulement τ_0 est plus élevé pour l'alliage à toutes températures mais que l'influence de la température, donc la pente de la courbe $\tau_0 = f(T)$, est nettement plus forte. $\tau_0(77^\circ \text{K}) - \tau_0(300^\circ \text{K})$ vaut 40g/mm^2 pour le magnésium, 270g/mm^2 pour l'alliage à 3,5 at. % In, 320 pour l'alliage à 5,5 % at. In. La pente de $\tau_0 = f(T)$ à basse température est ainsi plus forte pour la concentration la plus élevée.

La variation de la cission critique résolue sur le plan de base en fonction de la concentration en indium pour une température donnée est représentée aux figures 25 et 26 pour 77° K et 298° K respectivement. La cission critique résolue à 77° K croît régulièrement de 100 g/mm² pour le magnésium pur à 600 g/mm² pour un alliage contenant 6 at. % d'indium. Au-dessus de 6 at. %, les résultats deviennent très dispersés. A la température ambiante l'effet de la concentration sur la cission critique résolue est moins important. Pour une concentration de l'ordre de 1% at. d'indium, les expériences de SHEELY, LEVINE et NASH (1959) donnent une cission critique qui correspond très bien à nos mesures si l'on tient compte des deux définitions possibles de la cission critique.

L'influence de la concentration se manifeste d'une autre façon. La déformation commence parfois dans l'extrémité la moins concentrée d'une éprouvette contenant un fort gradient de concentration. La cission critique mesurée sur ces éprouvettes correspond à cette concentration plus faible. Des phénomènes de ce type expliquent la dispersion des valeurs de τ_0 aux fortes concentrations car une consolidation locale peut provoquer le glissement dans des zones plus ou moins concentrées de l'éprouvette.

On évalue l'influence de la vitesse de déformation $\dot{g}$ sur la cission en mesurant au cours de la traction d'une éprouvette l'augmentation de cission $\Delta\tau$ provoquée par la multiplication par 10 de la vitesse de traction ; on mesure également la diminution de contrainte lors du retour à la vitesse initiale. La figure 27 montre ces sauts de vitesse sur une courbe de traction. Ils ont été effectués à des glissements variables, mais dans le stade I des courbes de traction, $\Delta\tau$ n'augmente pas avec le glissement g . En rejetant les mesures faites dans le domaine de transition ou dans le crochet de traction et les mesures dans le stade II on obtient des valeurs reproductibles de $\Delta\tau$.

La figure 28 montre, pour les essais à 77° K, l'augmentation de $\Delta\tau$ avec la concentration en indium. Pour $\dot{g}_2/\dot{g}_1 = 10$,

$\Delta\tau$ vaut 5g/mm^2 pour le magnésium pur et 25g/mm^2 pour un alliage à 6 atomes d'indium pour cent. A la température ambiante, la variation de $\Delta\tau$ avec la concentration est beaucoup plus faible ; les mesures sur une même éprouvette sont dispersées et imprécises : il y a une courte décharge lorsqu'on change de vitesse de traction ; la remise en charge provoque un crochet de traction (Fig. 29). Pour lire $\Delta\tau$, il faut prolonger les parties linéaires de la courbe de traction avant et après le saut de vitesse. Ces crochets ont lieu à la température ambiante après décharge et leur amplitude augmente avec la concentration. Comme BIRNBAUM (1961), nous n'en avons pas remarqué sur les monocristaux de magnésium pur.

La figure 30 présente les mesures de $\Delta\tau$ obtenues à diverses températures sur des éprouvettes de concentrations comprises entre 4,5 et 6,5% at. $\Delta\tau$ est pratiquement constant et égal à 25g/mm^2 entre 77°K et 170°K , puis décroît lorsque la température augmente ; $\Delta\tau = 9\text{g/mm}^2$ à 298°K . Au-dessus de cette température, vers 340°K , la vitesse de déformation cesse d'avoir une influence sur la cisssion (nous examinerons plus loin les effets de la vitesse de déformation sur les courbes de traction à température plus élevée). L'évolution de $\Delta\tau$ en fonction de la température, pour l'autre domaine de concentration, est tout-à-fait analogue.

3.6 - LE COEFFICIENT DE DURCISSEMENT DANS LE STADE I.

La pente des courbes de traction dans le stade I de glissement facile est définie par $\theta_I = \frac{1}{\mu} \frac{\partial \tau}{\partial g}$. L'influence de la température et de la concentration par l'intermédiaire de μ est ainsi éliminée. Dans l'étude de θ_I nous ne tiendrons pas compte des cristaux à microstructure forte et décelable. Les éprouvettes à microstructure faible peuvent être réparties en deux groupes suivant leur coefficient de durcissement :

- pour les premières, les valeurs de θ_I dépassent $1,3 \times 10^{-4}$ à 300°K et $1,7 \times 10^{-4}$ à 77°K . Ce sont des éprouvettes de concen-

trations supérieures à 2% at. préparées avec une vitesse de croissance égale à 8mm/h.

- pour les secondes, les valeurs de Θ_I sont inférieures à $0,9 \times 10^{-4}$ à 300° K et $1,2 \times 10^{-4}$ à 77° K. Ce sont des éprouvettes soit de concentration inférieure à 2% at. dont la courbe de traction est semblable à celle des éprouvettes de magnésium pur de même orientation, soit plus concentrées préparées avec la vitesse de croissance faible de 2mm/h.

La comparaison des figures 31 et 32 confirme cette influence de la microstructure. Il s'agit des courbes de traction d'éprouvettes de concentration comprises entre 4,5 et 6,5% at. d'indium et de vitesses de croissance différentes (Fig. 31 : 8mm/h ; Fig. 32 : 2mm/h). Θ_I est plus fort pour les premières dans tout le domaine de température étudié.

Ces figures montrent également que l'influence de la température sur Θ_I est faible. Si l'on examine les différents types d'éprouvettes, la température est sans effet sur les éprouvettes avec la plus faible microstructure telles que $\chi_o < 60^\circ$; Θ_I décroît lorsque la température croît pour les éprouvettes telles que $\Theta_I > 60^\circ$ ou celles dont la vitesse de croissance était forte. La concentration a pour seul effet de faire apparaître un durcissement plus fort dans les éprouvettes à forte vitesse de croissance au-dessus de 2 atomes pour cent en indium.

Les figures 33a et 33b indiquent les valeurs de Θ_I observées, en fonction de l'orientation des éprouvettes, à 77°K et 298° K respectivement (il s'agit d'éprouvettes avec le moins de microstructure possible, préparées à 2mm/h). On y décèle une influence de l'orientation analogue à celle que l'on trouve dans les monocristaux de magnésium pur. Les valeurs les plus faibles sont obtenues pour $10^\circ < \chi_o < 30^\circ$. Les coefficients de durcissement des éprouvettes dont l'axe de traction est dans la partie supérieure du triangle standard peuvent être deux fois plus élevés à 298° K, trois fois plus forts à 77° K.

3.7 - LES OBSERVATIONS AU COURS DE LA TRACTION DANS LE STADE I.

Au début de la traction, la déformation est hétérogène: on remarque des zones où le changement de forme de l'éprouvette est important (Photos 3 et 4) ; la section droite de l'éprouvette s'allonge dans le sens de la direction de glissement projeté. L'observation au microscope optique des lignes de glissement montre que, dans ces régions déformées, la densité des lignes de glissement est forte alors que le reste de l'éprouvette commence à peine à se déformer. Nous avons mesuré pour $g = 0,27$, par la méthode de Laue en retour, la rotation de la zone déformée de l'éprouvette : la direction de traction a tourné dans cette partie de 11° , en se rapprochant de l'axe de traction.

L'aspect des lignes de glissement ne varie pas avec la température ; elles ressemblent à celles des monocristaux de magnésium pur, elles sont seulement réparties de façon plus régulière et plus serrée, au début de la traction, dans les régions déformées. En cours de traction cette zone gagne toute la longueur utile de l'éprouvette, sauf s'il est nécessaire qu'une deuxième zone déformée se forme. On peut alors remarquer dans la partie peu déformée séparant les deux zones des macles, des sous-joints etc... qui consolident localement l'éprouvette. Dans ce cas la courbe de traction présente, dans le stade I, des ondulations (Cf. éprouvette 122b, Fig.31).

Des macles apparaissent quelquefois au cours du stade I; la présence d'un sous-joint favorise leur naissance (photo 5). Elles sont très rares dans les éprouvettes dont l'axe de traction fait avec le plan de base un angle inférieur à 45° .

3.8 - LE DOMAINE DES GRANDES DEFORMATIONS ($g > 1$).

Nous avons déjà signalé que la longueur du stade I était très variable d'une éprouvette à l'autre. En éliminant les cristaux imparfaits qui ont dès le début un coefficient de durcissement important, on peut diviser en deux groupes les courbes cis-

sion-glissement du côté des fortes déformations ($\epsilon > 1$).

- Les éprouvettes du 1er type ont un stade de glissement facile très long. Le stade I se prolonge jusqu'à la rupture avec parfois un léger écart à la loi linéaire du début (écart ne dépassant pas 20% de la contrainte à la rupture). 50% des éprouvettes obtenues avec la vitesse de croissance de 2mm/h sont de ce type mais les sept éprouvettes trempées depuis 500° C ont donné des courbes de traction sans second stade. La figure 33c indique, en fonction de l'orientation des éprouvettes, les glissements à la rupture ϵ_R obtenus à froid et à la température ambiante. On constate que pour $\chi_o > 60^\circ$ les éprouvettes du premier type sont rares et pour $\chi_o < 20^\circ$ les glissements obtenus sont inférieurs à ceux que l'on obtient dans la région $\chi_o = 35^\circ$. Des glissements supérieurs ou égaux à 3 ont été obtenus dans tout le domaine de température étudié. L'observation micrographique de ces éprouvettes ne montre que des lignes de glissement sur le plan de base (comme dans le stade I), jusqu'à proximité de la rupture. Ces lignes sont parfois faiblement courbées indiquant un léger pliage. Des fissures s'ouvrent d'ailleurs aux limites de ces pliages (photo 6), ou bien la rupture a lieu par glissement jusqu'à une section nulle.

- Les éprouvettes du second type ont un stade de glissement facile limité. Un second stade, de coefficient de durcissement plus élevé conduit à la rupture, comme pour le magnésium pur. Sur quelques courbes, un domaine où la pente $\partial\sigma/\partial\epsilon$ décroît est visible à proximité de la rupture ; ceci correspond à l'ouverture d'une fissure ; la contrainte vraie diffère de la contrainte mesurée à cause de la réduction locale de section. La courbe est très irrégulière car la rupture n'est pas franche.

L'examen micrographique des éprouvettes présentant 2 stades montre toujours d'autres défauts parmi les lignes de glissement sur le plan de base. Ce sont des macles (photo 7) qui se multiplient alors que dans le stade I elles restaient localisées. Les lignes de glissement antérieures semblent les traverser mais les macles bloquent les lignes de glissement fraîches. On peut

voir également du pliage serré (photo 8) selon le plan $(11\bar{2}0)$ perpendiculaire au plan et à la direction de glissement actif. Les cristaux obtenus avec une vitesse de croissance de 8mm/h présentent ce type de courbe, les éprouvettes à fort gradient de concentration également. Le pliage serré apparaît à la limite de la zone déformée moins riche en indium. D'une façon générale, le stade II diffère du stade I par le maillage et le pliage : les photographies 9 et 10 montrent la différence entre les stades I et II sur une éprouvette à 2,4% at. d'indium déformée à la température ambiante.

Les cristaux imparfaits ont donc une courbe de traction à froid semblable aux monocristaux de magnésium. Des cristaux obtenus avec une faible vitesse de croissance et présentant moins de défauts ont donné à toutes températures des courbes de déformation à un seul stade. Ces courbes sont semblables à celles que nous avons obtenues comme YOSHINAGA et HORIUCHI (1962) par déformation à chaud de monocristaux de magnésium pur. Les courbes de traction à 298° K de deux éprouvettes d'orientation voisine l'une de magnésium pur, l'autre contenant 2,8 atomes % d'indium sont dessinées à la Fig. 34. Le stade II commence pour le magnésium pur à $g = 2,2$; l'éprouvette d'alliage atteint un glissement de 4,5 avec un faible écart à la linéarité, près de la rupture. A 77° K les éprouvettes d'alliage de concentrations supérieures à 2% at. se déforment aussi jusqu'à la rupture sans qu'on observe d'augmentation brutale du coefficient de durcissement. Celui-ci est plus faible que la pente des courbes de traction d'éprouvettes de magnésium pur de même orientation.

3.9 - LA DEFORMATION A CHAUD ($T > 350^\circ \text{ K}$)

A partir de 350° K environ, la courbe de traction change totalement d'allure. Après le domaine élastique, la contrainte est instable : elle oscille constamment entre un maximum et un minimum (Fig. 35a), la valeur moyenne restant constante ou croissant avec la déformation suivant la microstructure de l'éprouvette. L'amplitude

de ces oscillations semble croître légèrement avec la déformation. Comme aux températures plus basses, il se forme une ou plusieurs zones déformées selon que l'éprouvette contient ou non des sous-joints et des macles : la formation de ces zones donne des ondulations sur la courbe moyenne de traction.

La figure 35b montre l'amplitude $\tau_M - \tau_m$ de ces oscillations en fonction de la température pour deux concentrations en indium. Cette amplitude croît lorsque la température augmente, passe par un maximum puis décroît. Vers 550° K, les oscillations deviennent progressivement invisibles.

La température où ce phénomène d'instabilité de la cis-sion apparaît et celle où il est le plus fort décroissent lorsque la concentration augmente : le phénomène est visible à 450° K pour 1% at. d'indium, à 400° K pour 4% à 375° K pour 6% et 350° K pour 8,7%. La valeur maximale de $\tau_M - \tau_m$ croît également lorsque la concentration augmente.

Dans ce domaine de température où la contrainte est instable, une augmentation de la vitesse de déformation ne modifie pas la cis-sion moyenne mais diminue l'amplitude des oscillations.

Des essais avec palier de température ont montré qu'après ce domaine d'instabilité de la cis-sion, τ_0 commençait à décroître lorsque la température augmentait.

3.10 - MESURES DE L'ENERGIE ET DU VOLUME D'ACTIVATION.

Lorsque la température a une influence sur la cis-sion pour une déformation donnée, on peut supposer que le déplacement des dislocations dans leur plan de glissement est un phénomène activé thermiquement. La dislocation doit, pour franchir un obstacle, passer par un état instable d'énergie élevée. L'énergie de la bar-

rière, énergie d'activation, est fournie en partie par le travail de la force appliquée déplaçant la dislocation τb , en partie par des fluctuations d'origine thermique : à 0°K le premier terme est seul présent, à la température où l'activation cesse, toute l'énergie thermique correspond à toute l'énergie de la barrière. La vitesse de déformation imposée par la machine intervient car il faut que le nombre de dislocations mobiles, et donc le nombre d'obstacles franchis, soient suffisants pour assurer la déformation. Le modèle donne ainsi une contrainte pour une déformation donnée qui, comme dans nos observations, croît lorsqu'on diminue la température ou lorsqu'on augmente la vitesse de déformation.

Suivant ce modèle, la cisssion se décompose en deux termes $\tau = \tau_{\mu} + \tau^*$; τ^* est dû aux obstacles agissant sur les dislocations par leurs champs de contrainte à longue distance ; τ_{μ} est dû à des obstacles plus petits que la dislocation est susceptible de franchir par activation thermique. La barrière d'énergie (nous choisirons une énergie libre ΔG) varie avec la contrainte : $(\frac{\partial \Delta G}{\partial \tau})_{\dot{\gamma}}$ a les dimensions d'un volume ; c'est le volume d'activation v au signe près. Par un raisonnement thermodynamique (SCHOECK, 1965) on peut montrer :

$$v = kT \left(\frac{\text{Log} (\dot{\gamma}/\dot{\gamma}_0)}{\partial \tau} \right)_{\dot{\gamma}}$$

$$\Delta G = kT^2 \left(\frac{\text{Log} (\dot{\gamma}/\dot{\gamma}_0)}{\partial \tau} \right)_{\dot{\gamma}} \times \left[\frac{-\left(\frac{\partial \tau}{\partial T}\right)_{\dot{\gamma}} \dot{\gamma} + \frac{\tau}{\mu} \frac{d\mu}{dT}}{1 - \frac{T}{\mu} \frac{d\mu}{dT}} \right]$$

La cisssion τ dépend de la déformation γ ; on doit donc calculer ses dérivées à glissement constant. Nous avons choisi $\gamma = 0$ et la cisssion qui intervient dans les expressions sera τ_0 .

Pour appliquer la deuxième relation, il est nécessaire d'évaluer le module de cisaillement et sa dérivée en fonction de la température. Les métaux hexagonaux sont anisotropes : les deux constantes élastiques C_{44} et C_{66} diffèrent de 4% et varient de façon similaire avec la température. Nous choisirons $\mu = C_{44}$ car les contraintes τ que nous introduirons dans nos calculs sont des cisssions

sur le plan de base. LONG et SMITH (1957), EROS et SMITH (1962) ont montré qu'à 77° K et à 298° K, C_{44} était une fonction linéaire décroissante de la concentration atomique jusqu'à 2% at. d'indium. En extrapolant dans le domaine des concentrations et en interpolant dans celui des températures, on trouve que la diminution de C_{44} est faible, au plus de 3% à chaque température pour les concentrations de nos essais.

SLUTSKY et GARLAND (1957) ont établi avec précision la variation de C_{44} en fonction de la température pour le magnésium pur : la courbe, parabolique pour $T < 77^\circ \text{ K}$, est ensuite pratiquement linéaire. Les mesures de C_{44} à 77° K et 298° K pour 1% at. d'indium et 2% at. d'indium donnent deux droites parallèles à cette partie de courbe. Nous avons donc posé :

$$\left(\frac{d C_{44}}{dT} \right)_{\text{Mg}} = \left(\frac{d C_{44}}{dT} \right)_{\text{alliage}}$$

dans nos calculs.

Le facteur $\left(\frac{\partial \text{Log } \dot{g}/\dot{g}_0}{\partial \tau} \right)_T$ s'évalue grâce aux mesures de l'écart de cisssion $\Delta \tau$ obtenu par un changement de la vitesse de déformation au cours de la traction. A une déformation donnée, $\dot{g}_0$ est pratiquement constant quand on fait varier la vitesse de déformation, d'où

$$\left(\frac{\partial \text{Log } \dot{g}}{\partial \tau} \right)_T = \left(\frac{\Delta \text{Log } \dot{g}/\dot{g}_0}{\Delta \tau} \right)_T$$

Il faut également supposer que $\Delta \tau_0 = \Delta \tau$ ce qui est vérifié dans le stade I de la déformation de nos monocristaux où θ_I ne dépend pas de $\dot{g}$. Dans les calculs, nous avons introduit les valeurs de $\Delta \tau$ correspondant à la courbe de la fig. 30. Les valeurs de τ_0 ont été lues, pour les deux domaines de concentration choisis, sur les courbes des figures 23 et 24. Il existe deux façons d'évaluer $\left(\frac{\partial \tau}{\partial T} \right)_g$. La première consiste à mesurer la variation de contrainte $\Delta \tau$ créée au cours de la traction par une variation de température. On est obligé de choisir cette méthode lorsque $\left(\frac{\partial \tau}{\partial T} \right)_g$ est faible par rapport à la dispersion des valeurs de τ_0 à une température

donnée : c'est le cas du magnésium pur. Dans le cas de l'alliage Mg/In, la variation de cisssion est difficile à mesurer pour dix raisons : le crochet de traction à la remise en charge exige une extrapolation assez imprécise car σ_I ne prend sa valeur stable que pour $g > 0,1$. Aux températures supérieures à 200° K d'autre part, il se produit un certain adoucissement de l'éprouvette pendant la mise en température. Nous avons donc utilisé directement les mesures de τ_0 en fonction de la température et nous avons introduit dans les calculs de l'énergie d'activation

$$\left(\frac{\partial \tau}{\partial T}\right)_g = \frac{\tau_0 (T + 20^\circ) - \tau_0 (T - 20^\circ)}{40}$$

Les valeurs ainsi obtenues pour l'énergie d'activation ΔG pour les concentrations moyennes 5,5% at. et 3,4% at. d'indium sont portées aux tableaux 2 et 3 et représentées sur la figure 36 en fonction de la température. On a également représenté sur cette même figure les valeurs de l'énergie d'activation pour le glissement sur le plan de base du magnésium pur obtenu par CONRAD, ARMSTRONG, WIEDERSICH, SCHOECK (1960). Leur définition de l'énergie d'activation diffère de celle plus récente de SCHOECK (1965). Les valeurs corrigées avec cette nouvelle formule sont représentées en traits pleins. Une estimation à 213° K d'après nos propres courbes de traction du magnésium pur a donné une valeur de 0,55 eV en bon accord avec ces mesures (Cf. Tableau I). Si l'on compare la courbe ΔG en fonction de la température pour le magnésium pur et l'alliage, on constate que pour $T > 160^\circ$ K l'énergie ΔG est plus faible pour l'alliage que pour le magnésium pur. Puis, l'augmentation de ΔG avec la température est plus rapide pour l'alliage. Des énergies de 1,56 eV et 1,42 eV sont atteintes pour 5,5 et 3,4 atomes pour cent d'indium, à proximité de la température ambiante. La hauteur de la barrière d'énergie correspond à ces valeurs : elle semble croître légèrement avec l'augmentation de la concentration en indium. De même la température critique où l'activation cesse n'est que très légèrement sensible à la concentration.

Le volume d'activation est représenté en fonction de la cisssion d'activation (Fig. 37). Dans les alliages de magnésium-indium à 3,4 et 5,5 atomes pour cent d'indium, il décroît depuis $1,8 \times 10^5 \text{ Å}^3$ et $1,3 \times 10^5 \text{ Å}^3$ respectivement lorsque τ^* augmente. Dans le cas du magnésium pur, le volume d'activation décroissait depuis $4 \times 10^5 \text{ Å}^3$ jusqu'à 0 pour τ^* croissant de 0 à 95 g/mm^2 (CONRAD et al., 1960). Il est donc diminué par l'addition d'indium.

C H A P I T R E I V

DISCUSSION DES RESULTATS

Nous avons rapporté au chapitre précédent les résultats de la déformation plastique par glissement sur le plan de base des monocristaux de magnésium-indium et nous avons mis en évidence des écarts par rapport au magnésium pur. Nous nous proposons d'expliquer, à l'aide des modèles déjà établis pour le durcissement des solutions solides, en particulier des métaux cubiques à faces centrées, les effets observés.

Ces effets sont dus essentiellement à l'interaction des atomes solutés et des dislocations. Dans une première partie nous calculerons donc l'énergie de liaison soluté-dislocations dans l'alliage magnésium-indium. Nous envisagerons ensuite les différents mécanismes possibles du blocage des dislocations résultant de cette interaction. Nous tenterons d'expliquer l'origine du crochet de traction observé au-delà d'une certaine concentration pour une température donnée. De même nous tenterons d'explicitier la nature des forces qui s'opposent au déplacement des dislocations à travers le réseau, donc de l'origine de la limite élastique et de rendre compte des variations observées en fonction de la concentration en indium ou de la température.

Nous reprendrons également quelques points particuliers de la déformation des cristaux magnésium-indium : adoucissement géométrique, instabilité de la cisssion, existence ou absence du stade II.

4.1 - ENERGIE DE LIAISON SOLUTE-DISLOCATION.

L'énergie d'interaction soluté-dislocation peut être décomposée, avec une bonne approximation, en plusieurs contributions : contribution due à la différence de taille entre l'atome solvant et l'atome soluté, contribution due à la différence des modules élastiques du solvant et du soluté et enfin contribution électronique. On peut calculer la première contribution, soit en assimilant l'atome soluté à une sphère placée dans une matrice continue, soit en tenant compte d'une certaine anisotropie des déformations autour du soluté. La seconde contribution peut représenter une partie importante de l'énergie d'interaction, surtout pour les dislocations-vis. La dernière contribution ne peut pas être calculée exactement, on pense généralement qu'elle peut être négligée devant les deux précédentes lorsque la différence des valences est faible (FIORE et BAUER, 1967). Nous nous proposons de calculer les deux premières contributions.

4.1.1 - Contribution due à l'effet de taille isotrope.

Dans ce cas il n'y a pas d'interaction soluté-dislocation vis. Dans le cas d'une dislocation coin, on trouve pour l'expression de l'énergie d'interaction (FRIEDEL, 1964) :

$$W_1^c = \frac{\mu}{3\pi} \frac{1+\nu}{1-\nu} \Delta v_a \frac{b}{r} \sin \theta$$

ν est le module de Poisson du magnésium ; r et θ repèrent la position du soluté par rapport à la dislocation ; Δv_a est égal à la différence des volumes par atome dans l'indium et dans le magnésium pur ($\Delta v_a > 0$).

La valeur de l'énergie de liaison est obtenue pour $\theta = -\frac{\pi}{2}$ et $r \simeq b$, soit :

$$|W_1^c| = \frac{\mu}{3\pi} \frac{1+\nu}{1-\nu} \Delta v_a = 0,065 \text{ eV}$$

Cette énergie est relativement faible, comme on pouvait s'y attendre du fait de la faible différence des volumes par atome du solvant et du soluté.

4.1.2 - Contribution due à l'effet de taille anisotrope.

On peut obtenir la contribution due à l'effet de taille avec une meilleure approximation si l'on tient compte de la symétrie du champ des déformations autour de l'atome soluté. Comme l'ont déjà fait COCHARDT, SCHOECK et WIEDERSICH (1955) et FLEISCHER (1962) pour les métaux cubiques et compte-tenu de l'influence de l'addition d'indium sur les paramètres du réseau de la solution solide (paragraphe 1.4), nous posons pour champ des déformations autour de l'atome soluté : $\epsilon_{11} = \epsilon_{33}$, $\epsilon_{22}, \epsilon_{31} = \epsilon_{23} = \epsilon_{12} = 0$ le plan $x_1 O x_3$ coïncidant avec le plan (0001). On pose ainsi une symétrie hexagonale pour le champ des déformations.

La valeur de cette contribution à l'énergie d'interaction s'obtient par l'expression :

$$W = \int \sum_{v_a} \sigma_{ij}^D \epsilon_{ij}^S \delta v^S$$

l'exposant D se rapporte à la dislocation, l'exposant S au soluté.

On trouve à nouveau que l'interaction soluté-dislocation vis conduit à une énergie nulle.

Pour une dislocation-coin dirigée suivant Ox_3 , on obtient :

$$W_1^c = \frac{\mu}{2\pi(1-\nu)} v_a \frac{b}{r} \epsilon_{11} \sin\theta \left[-2(1+\nu) - \cos 2\theta + \frac{\epsilon_{22}}{\epsilon_{11}} \cos 2\theta \right]$$

v_a est le volume par atome dans la solution solide.

Les structures des phases possibles de l'alliage magnésium-indium étant mal connues, sinon inconnues, les valeurs de ϵ_{11} et ϵ_{22} ne peuvent être qu'approchées. On prendra pour ϵ_{11} et ϵ_{22} les déformations introduites dans le réseau du magnésium

pour une solution solide hypothétique correspondant à une contribution de 50% at. en indium :

$$\epsilon_{11} = \frac{a_{0,5} - a_0}{a_0} \quad \epsilon_{22} = \frac{c_{0,5} - c_0}{c_0}$$

avec $a_{0,5} = a_0 \left(1 + \frac{da}{dc}\right)$

$$c_{0,5} = c_0 \left(1 + \frac{dc}{da}\right)$$

d'où $\epsilon_{11} = -1,9 \cdot 10^{-2}$ $\epsilon_{22} = 3,5 \cdot 10^{-3}$

Compte-tenu de ces valeurs respectives, on poursuivra le calcul en négligeant le dernier terme de la somme entre crochets dans l'expression de W_1^C .

La valeur de l'énergie de liaison est obtenue pour :

$$\theta \simeq 2\pi/3 \quad \text{et} \quad r \simeq b \quad \text{soit : } W_1^C = -0,019 \text{ eV}$$

Cette valeur est inférieure à celle calculée dans l'hypothèse d'un champ des déformations à symétrie sphérique. On peut penser qu'elle est plus proche de la réalité malgré l'approximation sur les valeurs de ϵ_{11} et ϵ_{22} .

4.1.3 - Contribution due à la différence des modules élastiques.

L'énergie par unité de volume est modifiée au voisinage d'une dislocation lorsqu'on substitue un atome d'indium de constantes élastiques différentes à un atome de magnésium (FLEISCHER, 1961). L'énergie mise en jeu lors de la substitution est :

$$W_2 = W_{In} - W_{Mg} = \frac{1}{2} \int_{V_d} \sum_{ij} [\sigma'_{ij} \epsilon'_{ij} - \sigma_{ij} \epsilon_{ij}] dV$$

Les valeurs primées se rapportent à l'atome dissous qui occupe le même volume atomique que celui de la matrice. On applique cette relation en négligeant les variations des champs de contrainte et de déformation dans le volume atomique v_a . On obtient ainsi pour une dislocation-vis de vecteur de Burgers b

$$W_2^v = \frac{\mu \gamma_v}{8\pi^2} \frac{b^2}{r^2} \quad (\text{FLEISCHER, 1963})$$

γ_μ étant un paramètre sans dimension caractérisant la différence des modules de cisaillement.

Dans le cas d'une dislocation-coin, le champ de contrainte dépend de deux constantes élastiques indépendantes. SAXL (1964) a choisi le module de cisaillement et le coefficient de compressibilité. La contribution de l'effet des constantes élastiques s'écrit alors pour une dislocation-coin de vecteur de Burgers $\vec{b}$:

$$W_2^c = \frac{\mu}{8\pi^2(1-\nu)^2} \cdot \frac{b^2}{r^2} \cdot \left[\frac{2}{3} \gamma_\beta (1+\nu)(1-2\nu) \sin^2 \theta + \gamma_\mu \cos^2 \theta \right]$$

r et θ repérant la position de l'atome dissous par rapport à la dislocation (FIORE-BAUER, 1967).

Les deux paramètres γ_μ et γ_β caractérisent l'écart des constantes élastiques de la matrice et de l'atome dissous.

Comme l'a montré ESHELBY (1955) dans le cas des solutions diluées, $\frac{1}{\mu} \frac{\partial \mu}{\partial C}$ et $\frac{1}{\beta} \frac{\partial \beta}{\partial C}$ représentent bien cet écart. En posant à nouveau $\mu = C_{44}$, on obtient $\gamma_\mu = 0,688$. En l'absence de mesure du coefficient de compressibilité $\chi = \beta^{-1}$ de l'alliage, nous choisirons :

$$\gamma_\beta = \frac{\beta_{\text{In}} - \beta_{\text{Mg}}}{\beta_{\text{Mg}}} = 0,17$$

Avec les valeurs numériques du tableau 4, on constate que W_2^c est maximum pour $\theta = 0$ et ce maximum ne dépend que de γ_μ

L'application numérique donne : $W_2^V = -0,022 \text{ eV}$

$$W_2^C = -0,0422 \text{ eV}$$

4.1.4 - Energie de liaison.

Les valeurs de l'énergie de liaison s'obtiennent en faisant la somme des deux contributions :

$$\text{pour une dislocation-vis : } W_M^V = W_1^2 + W_2^V = -0,022 \text{ eV}$$

$$\text{pour une dislocation-coin : } W_M^C = W_1^C + W_2^C = -0,061 \text{ eV}$$

On peut penser, compte-tenu des approximations faites, que les valeurs calculées sont supérieures aux valeurs réelles.

4.2 - L'ADOUCCISSEMENT GEOMETRIQUE.

L'adoucissement géométrique se manifeste sur la courbe de traction non-résolue par une diminution de la force appliquée à l'éprouvette au début de la déformation. Pour certaines orientations, en effet, le facteur de Schmid croît lorsque la déformation s'amorce (figure 6) ; à cisssion constante ou très faiblement croissante, la force peut diminuer. Dans la plupart des cas la diminution de force que nous avons observée se traduit sur la courbe résolue par un crochet de traction qui se superpose à l'adoucissement géométrique. Dans cette zone de faible déformation la courbe de traction est imprécise du fait de l'allongement parasite de la machine et il est difficile de déterminer avec précision la contribution de chaque effet.

L'expression de la force P en fonction de la cisssion τ de l'allongement relatif e et des conditions initiales S_o, χ_o, λ_o s'écrit (Cf. paragraphe 3.1) :

$$P = \frac{S_o \tau}{\sin \chi_o} \times \frac{1 + e}{\left[(1 + e)^2 - \sin^2 \lambda_o \right]^{1/2}}$$

Dans la majorité des expériences de traction la cission augmente avec la déformation : dans le stade de glissement facile on peut donner une expression approchée de la courbe de traction par $\tau = \tau_0 + \mu \theta_I g$, θ_I défini au paragraphe 3.4 étant la pente dans le stade I et g une fonction connue de l'allongement relatif e . On obtient alors pour P l'expression :

$$P = \frac{(\tau_0 \sin \chi_0 - \mu \theta_I \cos \lambda_0)^{(1+e)}}{\left[(1+e)^2 - \sin^2 \lambda_0 \right]^{1/2} + \mu \theta_I^{(1+e)}} \left[\frac{S_0}{\sin^2 \chi_0} \right]$$

Pour e suffisamment grand, la fonction $P(e)$ est une fonction croissante et l'existence d'un adoucissement géométrique, donc d'un minimum de $P(e)$, est soumise à la condition $\left(\frac{dP}{de} \right)_{e=0} < 0$

$$\frac{\cos \lambda_0}{\sin \chi_0 \sin^2 \lambda_0} < \frac{\tau_0}{\mu \theta_I}$$

Le premier terme de l'inégalité est une fonction décroissante de λ_0 .

Dans les expériences de traction de monocristaux de magnésium pur à chaud ($T > 350^\circ \text{ K}$), $\mu \theta_I$ est très faible et on a observé l'adoucissement géométrique pour $\lambda_0 = 31^\circ$. A 298° K il faut que λ_0 dépasse 71° pour que l'adoucissement géométrique apparaisse. A plus basse température τ_0 et $\mu \theta_I$ augmentent mais le rapport $\tau_0 / \mu \theta_I$ diminue : l'adoucissement n'apparaît pas même pour de fortes valeurs de λ_0 . Ces conclusions s'accordent bien avec les résultats de BYRNE (1961-1963) sur le magnésium et sur l'alliage magnésium-manganèse : l'adoucissement géométrique présent à la température ambiante pour $\lambda_0 > 45^\circ$ n'existe pas à 77° K .

L'addition d'indium augmente τ_0 et ne change guère $\mu \theta_I$ tant qu'une forte microstructure n'est pas introduite : l'adoucissement géométrique est alors favorisé (figure 38). A 300° K , pour des concentrations en indium supérieures à 3% at., on trouve une superposition du crochet de traction dû au soluté

et de l'adoucissement géométrique pour des angles λ_0 supérieurs à 30° ; seul l'effet du soluté demeure pour des angles inférieurs à 30° . A 77° K, pour des concentrations plus faibles, l'adoucissement géométrique ne se produit pas et le crochet est entièrement dû au soluté.

4.3 - LE CROCHET DE TRACTION ET LA PROPAGATION DE LA "BANDE DE LUDERS"

Pour une concentration en indium supérieure à 2% at., la déformation des monocristaux de magnésium-indium a lieu par formation et propagation d'une "bande de Lüders". Comme le prouvent les observations du paragraphe 3.7, au début de la déformation il se crée une zone déformée dont la rotation par rapport au reste du cristal est mesurable. Les deux bandes de pliage limitant cette zone sont mobiles dans les cristaux de bonne qualité et au cours du stade I de la déformation elles rejoignent les extrémités de la partie utile de l'éprouvette. L'éprouvette ayant alors une forme homogène, la déformation se poursuit par la multiplication et l'approfondissement des lignes de glissement. La propagation de la bande est très lente et se poursuit pour des valeurs élevées du glissement $g > 1,5$; il existe une région de transition où la bande de Lüders continue à progresser alors que le glissement recommence, en arrière, dans la zone déformée. Lorsque les deux pliages ont atteint les mors, la pente de la courbe de traction augmente légèrement, d'où l'écart à la loi linéaire du stade I noté en fin de traction sur les courbes ne comportant qu'un seul stade (Cf. paragraphe 3.8).

Ce mode de déformation a été observé dans divers monocristaux de solutions solides cubiques à faces centrées laiton α (PIERCY, CAHN, COTTRELL, 1955), laiton α et CuIn (BRINDLEY, CORDE-ROY, HONEYCOMBE, 1962), CuAl (KOPPEMAAL, FINE, 1961), (CHASLEY, DESVAUX, 1966), CuZn, CuGe, CuGa (SCHWINK, TRAUB, 1968). Il a été également signalé dans les monocristaux de cuivre pur irradiés (NEUHAUSER, 1967). Il existe aussi dans les monocristaux de la

phase intermétallique hexagonale Ag_2Al (MOTÉ, TANAKA, DORN, 1961). Comme dans ce composé, les "bandes de Lüders" des monocristaux MgIn sont particulièrement nettes et le changement de section est important (photo 3-4). La propagation d'une bande unique représente les $2/3$ de la déformation par la traction, en effet un seul système de glissement est actif dans les cristaux hexagonaux compacts d'orientation $10^\circ < \chi_0 < 70^\circ$.

Le mécanisme de formation des "bandes de Lüders" dans les monocristaux alliés n'a pas encore été clairement expliqué. On constate qu'elles apparaissent dans les matériaux présentant un crochet de traction dû aux atomes dissous.

Selon SUZUKI (1957), le mécanisme responsable du crochet de traction et des bandes de Lüders dans une solution solide pourrait être attribué :

- au blocage des dislocations par formation d'une atmosphère de Cottrell autour de la dislocation,
- au blocage par ségrégation préférentielle des atomes dissous dans le ruban de faute d'empilement séparant les deux dislocations partielles résultant de la dissociation éventuelle des dislocations parfaites dans le plan de base (SUZUKI, 1954),
- à l'effet de l'ordre à courte distance qui crée une force de frottement (FISHER, 1954).

Le blocage par atmosphère de Cottrell suppose l'existence d'un phénomène de saturation : le crochet de traction apparaît, pour une température donnée, lorsque la concentration de solutés au voisinage de la dislocation est supérieure ou égale à la concentration à la saturation C_s . Si la valeur C_s ne dépend pas de la température, on obtient la relation suivante entre les températures et les concentrations moyennes C_0 pour lesquelles apparaît le crochet de traction :

$$C_s = C_{01} \exp\left(-\frac{W_M}{kT_1}\right) = C_{02} \exp\left(-\frac{W_M}{kT_2}\right)$$

W_M est l'énergie de liaison dislocation-impureté.

A partir des valeurs $T_1 = 250^\circ \text{ K}$ et $C_{O1} = 1\%$ d'une part et $T_2 = 300^\circ \text{ K}$ et $C_{O2} = 3,3\%$ d'autre part, on déduit :

$$|W_M| = 0,15 \text{ eV}$$

La valeur de W_M ainsi obtenue est nettement supérieure à la valeur calculée au paragraphe 4.1. En conséquence, le blocage par atmosphère de Cottrell semble peu probable dans les solutions solides magnésium-indium.

Si l'on adopte pour la valeur calculée de l'énergie de liaison soluté-dislocation $W_M = 0,03 \text{ eV}$, on obtient à $T = 250^\circ \text{ K}$ une concentration de soluté autour de la dislocation égale à :

$$C_d = C_o \exp \left(- \frac{W_M}{kT} \right) = 4 C_o$$

Compte-tenu des deux remarques précédentes, nous sommes amenés à envisager que le crochet de traction est dû à un phénomène d'ordre à courte distance. Les variations de $\tau_{\text{sup}} - \tau_{\text{inf}}$ à 77° K , en fonction de la concentration C (figure 21) peuvent être approchées par une loi du type :

$$\tau_{\text{sup}} - \tau_{\text{inf}} = A C^2 (1-C)^2$$

où A est une constante.

Une loi du même type a déjà été trouvée par KOPPENNAAL et FINE (1961) avec l'alliage cuivre-aluminium et ces auteurs ont interprété ce résultat en termes d'arrangement des solutés autour de la dislocation avec un ordre à courte distance (FLINN, 1958).

Dans le cas de l'alliage de magnésium refroidi jusqu'à 77° K , on admet que les solutés sont attirés par la dislocation pour des températures supérieures ou égales à 250° K et qu'au-delà la diffusion sur de longues distances est insuffisante pour modifier les ségrégations. Cette hypothèse se trouve bien confirmée par l'existence d'un nouveau crochet de traction après décharge

pour des températures supérieures ou égales à 250° K (paragraphe 3.5). Pour une concentration moyenne de 4%, on a vu que la concentration des solutés autour de la dislocation était de l'ordre de 16%.

Comme il a été signalé au paragraphe 1.4, un degré d'ordre à courte distance $\alpha_1 = -0,12$ a été mesuré dans l'alliage de magnésium à 12,3 % at. d'indium. On trouve d'ailleurs, au-delà de la limite de solubilité, des phases hexagonales et cubiques ordonnées (SCHUBERT, GAUZZI, FRANK, 1963 ; INO, HIRABAYASHI, OGAWA, 1965).

Les deux résultats précédents, $C_d \cong 4 C_o$ et l'existence d'un ordre à courte distance dans la solution solide magnésium-indium permettent d'interpréter le crochet de traction observé par un phénomène d'ordre à courte distance autour de la dislocation comme l'ont déjà fait KOPPEMAAL et FINE (1961), COHEN, FINE (1962).

Le crochet de traction décrit précédemment correspond à une déformation importante dans une partie très localisée de l'éprouvette, celle où la concentration en indium est la plus faible (paragraphe 2.3). Cette déformation est accompagnée d'une rotation importante, jusqu'à 12°; les dislocations de cette partie se trouvent débloquentes et leur nombre a notablement augmenté. Des zones de pliage assurent le raccordement avec le reste du cristal.

Au-delà du crochet de traction, compte-tenu du changement de S_o à S de la section droite de l'éprouvette ($\frac{S}{\sin \chi} = \frac{S_o}{\sin \chi_o}$) et de la rotation du réseau de λ_o à λ (avec $\lambda < \lambda_o$) on trouve que la cisssion appliquée a une valeur plus grande dans la bande de Lüders que dans le reste du cristal.

$$\left. \begin{aligned} BL &= \frac{P}{S} \sin \chi \cos \lambda \\ \tau_{CR} &= \frac{P}{S_o} \sin \chi_o \cos \lambda_o \end{aligned} \right\} \tau_{BL} > \tau_{CR}$$

Cependant la déformation ne se poursuit pas dans la "bande de Lüders" mais plutôt par extension de celle-ci. On peut expliquer ce résultat d'une part par l'augmentation de la densité de dislocations dans la bande et d'autre part par l'effet de multiplication de la contrainte dans la zone de pliage. L'augmentation de la densité des dislocations dans la bande déjà déformée a pour effet d'accroître la résistance au mouvement des dislocations, donc la cission critique. Le changement de forme de l'éprouvette à travers la zone de pliage produit une multiplication de la contrainte appliquée et la cission qui se trouve effectivement appliquée est suffisante pour débloquent les dislocations de la zone ordonnée à courte distance et par conséquent pour propager la déformation. L'augmentation lente de la contrainte peut être comprise du fait que la déformation intéresse des zones de cristal de plus en plus concentrées en indium.

Dans la plupart des cas, la déformation homogène dans la "bande de Lüders" reprend avant que celle-ci n'occupe la totalité de l'éprouvette. Ce phénomène s'accompagne d'une variation de la pente de la courbe de déformation, le durcissement étant alors dû essentiellement à la multiplication des dislocations.

4.4 - LA CISSION CRITIQUE RESOLUE SUR LE PLAN DE BASE.

4.4.1 - Signification physique de τ_0 .

Lorsque la déformation est aussi hétérogène, les cissions mesurées ne correspondent qu'approximativement aux cissions provoquant, dans un plan de glissement donné, le mouvement des dislocations : τ_{sup} est la cission nécessaire au déblocage dans une région faible du cristal, τ_{inf} correspond à une densité de dislocation différente de la densité initiale. L'extrapolation pour $g = 0$ n'est pas valable puisque la propagation de la "bande de Lüders" introduit un coefficient de durcissement apparent faible.

Pour une concentration inférieure à 6,5 at. % $\tau_{\text{sup}} - \tau_{\text{inf}}$ ne représente que 10% de τ_0 , une rotation de 10° ne représente pas une variation importante du facteur de Schmid, toutes ces incertitudes sur la valeur de la contrainte critique ne dépassent pas la dispersion des mesures de τ_0 d'une éprouvette à l'autre dans les deux domaines de concentration étudiés au paragraphe 3.4. Malgré l'hétérogénéité de la déformation, τ_0 mesure l'ordre de grandeur de la cisssion nécessaire aux déplacements des dislocations.

Le tableau 5 donne les valeurs de la cisssion critique sur le plan de base τ_0 à 300° K et 77° K pour différents monocristaux d'alliage riches en magnésium. Conformément aux prévisions (paragraphe 1.3) et aux mesures à faibles concentration (LEVINE, SHEELY, NASH, 1960) l'indium a l'effet durcissant le plus faible (augmentation de τ_0).

Aux forces de blocage et de frottement énumérées au paragraphe précédent, il faut ajouter l'augmentation éventuelle de la densité des obstacles (dipôles et dislocations) responsables de la cisssion critique dans le magnésium pur. Aux faibles concentrations, des mesures directes ont prouvé l'influence des atomes dissous sur la densité de dislocations dans le zinc (ADAMS, VREELAND, 1968). Aux plus fortes concentrations, ce sont surtout des sous-structures, des sous-joints qui ont été mis en évidence dans les solutions solides d'aluminium, dans l'argent (HENDRICKSON, FINE, 1961), d'indium et d'étain dans l'argent (HAMMAR, YEH, OAKWOOD, HENDRICKSON, 1967), de cadmium dans le zinc (ZASIMCHUK, OVSIYENKO, 1968), de cadmium dans le magnésium (BOCEK, SCHARF, MANNEL, ZOUHAR, 1965).

4.4.2 - L'action des atomes isolés sur le mouvement des dislocations.

FRIEDEL (1964) a proposé un modèle où la dislocation mobile se libère de l'attraction d'un atome de soluté sous l'effet de l'agitation thermique. La ligne se courbe sous la contrainte appliquée jusqu'à ce qu'elle arrive dans la zone d'attraction d'un

autre atome de soluté (fig. 40).

En conséquence de ce modèle, l'énergie d'activation du mécanisme est l'énergie de liaison soluté-dislocation. La cis-sion critique à 0° K est proportionnelle à la concentration moyenne C_0 dans l'éprouvette.

Expérimentalement, nous avons observé à 77° K que τ_0 était proportionnel à $C_0^{1/2}$ (fig. 39). De plus, nous avons évalué l'énergie de liaison soluté-dislocation à une valeur comprise entre 0,02 et 0,06 eV (paragraphe 4.1) alors que la valeur mesurée de l'énergie d'activation est égale à 1,55 eV.

Ce modèle ne s'applique donc pas dans le cas particulier de l'alliage magnésium-indium. Le modèle exige une courbure trop forte de la dislocation au voisinage de l'atome de soluté, lorsque l'énergie de liaison est faible et la concentration relativement élevée (RIDDHAGNI, ASIMOW, 1968).

4.4.3 - L'action d'une rangée d'atomes solutés sur la dislocation.

FELTHAM (1967) a proposé un autre modèle (Fig. 40) où la dislocation se décroche de l'attraction des atomes dissous, par activation thermique sur une longueur l (Fig. 40), la distance moyenne entre atomes solutés le long de la ligne étant égale à $L = b C^{-1/2}$ (FLEISCHER, HIBBARD, 1963). L'arc de ligne ainsi créé a une flèche de πb . Le rayon de courbure R dépend de la cission appliquée : $R = \frac{\mu b}{2 \tau_0}$. D'autre part $2 \pi b R \simeq \frac{1}{4} l^2$; d'où la relation :

$$\frac{1}{b} = \left(\frac{4 \mu n}{\tau_0} \right)^{1/2} \quad (1)$$

L'accroissement de la longueur de la ligne correspond à l'énergie $\frac{\mu b^2}{2} \times \frac{2 n^2 b^2}{1}$, en assimilant l'arc à un triangle. L'énergie nécessaire au décrochage des atomes dissous est égale à $|W_M| \times \frac{b}{L}$ soit $|W_M| C^{1/2} \frac{1}{b}$. Le travail de la cission appliquée pendant la formation de la boucle est $\frac{1}{2} n \tau_0 b^3 \frac{1}{b}$. L'énergie fournie par les fluctuations thermiques à la température de

l'essai doit donc être :

$$\Delta G = n^2 b^3 \left(\frac{1}{b}\right) + \left| W_M \right| C^{1/2} \left(\frac{1}{b}\right) - \frac{1}{2} n \tau_0 b^3 \left(\frac{1}{b}\right) \quad (2)$$

En diminuant 1 entre la relation (1) et la relation précédente on obtient :

$$\tau_0 = \frac{4 |W_M| C^{1/2}}{n b^3} \left[1 + 2\eta - 2\sqrt{\eta(\eta+1)} \right] \text{ avec } \eta = \frac{\Delta G^2}{4 |W_M| C^{1/2} n^2 \mu b^3}$$

A 0° K τ_0 croît proportionnellement à $C^{1/2}$; aux températures supérieures, η restant faible, la fonction $1 + 2\eta - 2\sqrt{\eta(\eta+1)}$ varie peu avec η donc avec $C^{1/2}$ dans le domaine $1\% < C < 10\%$, τ_0 varie donc pratiquement comme $C^{1/2}$.

FELTHAM (1967) pose $\Delta G = m k T$ avec une valeur raisonnable de m ; il ajuste ensuite la valeur de n pour que $\tau_0(T)$ coïncide avec la variation expérimentale. Il en déduit le volume d'activation $v = \frac{n}{2} b^2$ soit en remplaçant 1 grâce à la relation (1) : $v = n^{3/2} b^3 \left(\frac{\mu}{\tau_0}\right)^{1/2}$.

Dans notre cas l'expérience montre bien qu'à 300° K et 77° K τ_0 est proportionnelle à $C^{1/2}$. Nous avons déterminé m par $\Delta G(300^\circ \text{ K}) = 300 m k$ qui donne $m = 60$. Pour $W_M = 0,02 \text{ eV}$ et une concentration de 5,5 at. % l'attribution de la valeur $n = 13$ permet de faire coïncider la courbe calculée et la courbe expérimentale (fig. 40).

Le volume d'activation calculé avec $n = 13$ et $\tau_0 = 270 \text{ g/mm}^2$ à 300° K donne la valeur $v = 1,3 \cdot 10^5 \text{ \AA}^3$ qui correspond bien à l'extrapolation pour $\tau^* = 0$ de la courbe de la figure 37 correspondant à 5,5 at. %.

Malgré l'accord noté sur deux points, on doit signaler que la valeur trouvée de n est improbable car nb n'est pas négligeable devant L qui vaut $4,3 b$ pour 5,5 at. %. Un nombre relativement important d'atomes de soluté doivent être franchis sans

nouveau blocage : ceci est possible s'il y a franchissement d'obstacles solides et d'obstacles faibles (FOREMAN, MAKIN, 1966) mais ne l'est pas si les seuls obstacles sont les atomes d'indium ayant tous la même énergie de liaison avec les dislocations.

L'approximation $\Delta G = m kT$ où m ne dépend pas de la température ni de la concentration est grossière si on la compare à la figure 37 qui représente ΔG mesuré en fonction de T .

Enfin le modèle ne tient pas compte du travail dépensé pour vaincre les forces de frottement dues aux obstacles éloignés qui se manifestent dans l'existence d'une cission critique aux températures supérieures à $T_0 = 300^\circ \text{ K}$.

Ce modèle est donc trop approché pour rendre compte de tous les aspects expérimentaux du glissement sur le plan de base dans l'alliage magnésium-indium.

4.4.4 - L'influence de la densité de dislocation sur la contrainte critique.

L'augmentation de la densité de dislocations élève la cission critique parce que les dislocations subissent davantage l'intersection pendant leur déplacement. FRIEDEL (1964) a proposé un modèle d'intersection dont une conséquence est que la cission critique τ_0 est, à toute température, proportionnelle à l^{-1} où l est la distance moyenne entre les dislocations $l = N^{-1/2}$, donc $\tau_0 = A\sqrt{N}$, où A est une constante.

La densité de dislocation dans un alliage est proportionnelle aux ségrégations, donc à C (GOSS, BENSON, PFANN, 1956) (BOCEK, KRATOCHVIL, LUKAC, 1962). τ_0 proportionnelle à $N^{1/2}$ augmente donc comme $C^{1/2}$. C'est bien la relation entre τ_0 et $C^{1/2}$ obtenue expérimentalement à 300° K et 77° K (Fig. 39).

Ce modèle donne également une relation entre la température critique T_0 et l'énergie ΔG_0 d'activation mise

en jeu lors des intersections

$$T_c = \frac{\Delta G_o}{k \log \frac{N b^2 \nu_x'^2}{2 \dot{\epsilon}}}$$

ν' est la fréquence de Debye,

$\dot{\epsilon}$ est la vitesse de déformation, x^2 un facteur égal à $2\Delta G_o/\mu b^2 d$ où d est la largeur de l'obstacle. Avec la valeur expérimentale

$\Delta G_o = 1,55$ eV on obtient $T_c = 700^\circ$ K, en désaccord avec la valeur expérimentale $T_c = 300^\circ$ K.

Le volume d'activation v est proportionnel à l , donc à $N^{-1/2}$: si la concentration influe sur la cission critique par la densité de dislocation, le produit $\tau_o v$ sera indépendant de N , donc de C . Expérimentalement on obtient $\tau_o v$ égal à $2,72 \times 10^{-19}$ g.cm pour le magnésium pur, 3,78 et 3,51 respectivement pour les alliages à 3,4 et 5,5 at. % d'indium. L'accord n'est qu'approximatif.

Le modèle d'intersection des dislocations ne rend donc pas compte non plus de tous les aspects expérimentaux du glissement sur le plan de base dans l'alliage magnésium-indium. La proportionnalité de τ_o et $C^{1/2}$ semble assez fortuite car les vérifications expérimentales de la loi $N \propto C$ présentent de grandes dispersions, même aux faibles concentrations (HALLMAR, YEH, OAKWOOD, HENDRICKSON 1967).

Le modèle ne peut pas expliquer non plus que l'énergie d'activation augmente avec la concentration d'indium alors que la température critique ne varie pratiquement pas.

Une modification de ce modèle comme du modèle précédent exigerait la connaissance de la densité de dislocation dans les éprouvettes monocristallines de magnésium-indium et une connaissance plus précise de la géométrie des intersections de dislocations dans le magnésium pur.

4.5 - L'INSTABILITE DE LA CISSION DANS LE DOMAINE DE TEMPERATURE (350-500° K)

Une autre manifestation de l'action des atomes d'indium sur les dislocations est l'instabilité de la cission avec apparition de crochets de traction répétés au cours des essais à chaud dans un domaine bien déterminé de température (paragraphe 3.9). Ce phénomène diffère de l'effet Portevin-Lechatelier car l'instabilité a lieu dès le début de la traction et non à partir d'une certaine déformation.

Cette instabilité n'a pas été observée au cours des études de la déformation des monocristaux de magnésium-lithium (QUIMBY, MOTE, DORN, 1962) ni de ceux de magnésium-manganèse (DE LUCA, BYRNE, 1965). SCHARF, LUKAC, BOCEK, HAASEN (1968) signalent un effet Portevin-Lechatelier dans le cas des monocristaux de magnésium-cadmium. On remarquera la corrélation qui semble exister entre la présence de l'instabilité et la possibilité d'un ordre à courte distance.

Si l'on suppose que les blocages répétés de la dislocation se produisent par diffusion des solutés vers la ligne et formation d'une atmosphère de Cottrell (COTTRELL, 1953), on montre que l'instabilité n'apparaît qu'au-delà d'une certaine valeur du coefficient de diffusion. Cette valeur limite est liée à la vitesse de déformation ; en première approximation on peut attribuer dans le cas présent la valeur déjà trouvée pour le fer (FRIEDEL, 1964) et pour les bronzes (RUSSELL, 1963 - HAM, JAFFREYS, 1967) $D = 10^{-9} \dot{\epsilon}$. La valeur du produit $10^{-9} \dot{\epsilon} = 2,8 \cdot 10^{-14} \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$ obtenu dans notre étude diffère de la valeur du coefficient de diffusion à 400° K extrapolée des mesures de LALL (1966) $D = 0,37 \cdot 10^{-16} \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$. Compte-tenu de l'importance de l'écart, on peut conclure que le mécanisme envisagé est peu probable dans la solution solide magnésium-indium.

Le blocage par effet Suzuki établi nettement dans le cas de l'alliage argent-aluminium à 6% at. (HENDRICKSON, FINE, 1961) et dans celui de la phase hexagonale β Ag_2Al (MOTÉ, TANAKA, DORN, 1961) ne semble pas produire d'instabilité de la contrainte.

Compte-tenu des conclusions du paragraphe 4.3, on peut tenter d'attribuer les crochets de traction répétés à un phénomène d'ordre à courte distance dans la zone voisine de la dislocation. La dislocation libérée de cette zone peut se trouver à nouveau bloquée par d'autres obstacles ; si la vitesse de diffusion des solutés est suffisante, il y aura à nouveau migration vers les lignes et production d'une nouvelle zone ordonnée à courte distance. Tout nouveau déplacement de la ligne se traduira alors par un nouveau crochet de traction. Si la température est trop faible, la vitesse de diffusion sera insuffisante pour assurer, dans un temps convenable, la migration des solutés. Si la température est trop élevée, le degré d'ordre à courte distance est fortement réduit et le nouveau blocage de la dislocation ne se produira pas. Ces deux circonstances fixent les limites du domaine de température où l'instabilité de la contrainte apparaît.

4.6 - L'EXISTENCE DU SECOND STADE DE LA DEFORMATION.

Pour des monocristaux de magnésium-indium à faible microstructure avec $\chi_0 < 45^\circ$, on n'a pas observé de stade II de la déformation ; la rupture se produit à la fin du stade I et les observations micrographiques ont montré l'absence de zones maclées. (paragraphe 3.8)

Pour des monocristaux de même qualité mais avec $\chi_0 > 45^\circ$, le stade II de la déformation s'est manifesté et on a trouvé que son apparition coïncidait avec celles de zones

maclées de plan de composition $\{10\bar{1}2\}$ comme dans le magnésium pur, quel que soit X (ROBERTS, PARTRIDGE, 1966 - PARTRIDGE, 1967).

Des observations antérieures sur les alliages magnésium-thorium et magnésium-lithium (KELLEY, HOSFORD, 1968) semblent montrer, comme notre étude, que l'addition de solutés dans le magnésium a pour effet de rendre plus difficile le maclage et, par suite, de supprimer l'apparition du stade II de la déformation.

C O N C L U S I O N

Pour une concentration supérieure ou égale à 1% at., les atomes d'indium en solution modifient les caractéristiques de la déformation par glissement sur le plan de base du magnésium :

1) L'indium fait apparaître, aux températures inférieures ou égales à 300° K, un crochet de traction d'autant plus net que la température de l'essai est basse et la qualité cristallographique de l'échantillon est plus grande. Il est alors suivi de la propagation lente d'une "bande de Lüders" unique à travers tout l'échantillon.

2) L'indium crée, entre 350° K et 500° K, une instabilité de la contrainte avec des crochets de traction répétés dès le début de la déformation jusqu'à la rupture.

3) L'indium supprime le second stade des courbes de traction dans les monocristaux sans sous-structures pour des essais réalisés à des températures inférieures ou égales à la température ambiante . Il rend plus difficile l'apparition du maclage.

4) L'indium élève la cission critique τ_0 , laquelle varie comme la racine carrée de la concentration.

5) La variation de la cission critique en fonction de la température a la même allure que celle du magnésium pur ; cependant, dans le domaine des basses températures, elle est plus rapide pour la solution solide que pour le métal pur.

De tous les éléments d'addition étudiés jusqu'ici, l'indium est celui qui donne le durcissement le plus faible des monocristaux de solutions solides de magnésium. Ce résultat est prévisible si l'on tient compte de la faible valeur du

facteur de taille. Le calcul de l'énergie de liaison soluté-dislocation conduit à une valeur particulièrement faible, même si l'on tient compte de l'effet dû à la différence des modules élastiques et d'une certaine anisotropie de l'effet de taille.

Pour rendre compte de l'effet durcissant de l'indium malgré la faible valeur de l'énergie de liaison soluté-dislocation, nous avons supposé que les atomes solutés attirés par la dislocation donnaient autour de celle-ci une zone présentant un certain degré d'ordre. Ce modèle rend compte de l'existence du crochet de traction unique ou des crochets répétés. Il semble moins adapté à l'interprétation de la valeur de la cission critique τ_0 , interprétation qui donne lieu encore à de nombreuses discussions au sujet des métaux hexagonaux purs.

B I B L I O G R A P H I E

- K.H. ADAMS, T. VREELAND, Jr - Trans. AIME, 242, p. 132 (1968)
- Z.S. BASINSKI - Australian J. of Physics, 13, p. 284 (1960)
- F.W. von BATCHELDER, R.F. RAEUCHLE - Phys. Rev., 105, p. 59 (1957)
- H.K. BIRNBAUM - Acta Met., 9, p. 320 (1961)
- M. BOCEK - Phys. Stat. Solidi, 3, p. 2169 (1963)
- M. BOCEK, G. HOTZSCH, B. SIMMON - Phys. Stat. Sol., 7, p. 833 1964
- M. BOCEK, P. KRATOCHVIL, P. LUKAC - Phys. Stat. Sol., 2, p. 1221 (1962)
- M. BOCEK, H. SCHARF, P. MANNEL, M. ZOUHAR - Z. Metallkunde, 56, p. 353 (1965)
- B.J. BRINDLEY, D.J.H. CORDEROY, R.W.K. HONEYCOMBE - Acta Met., 10, p. 1043 (1962)
- J.G. BYRNE - Acta Met., 9, p. 1037 (1961)
- J.G. BYRNE - Acta Met., 11, p. 1023 (1963)
- P. CHASLEY, M.P.E. DESVAUX - Trans. AIME, 236, p. 937 (1966)
- A.W. COCHARDT, G. SCHOECK, H. WIEDERSICH - Acta Met., 3, p. 533 (1955)
- J.B. COHEN, M.E. FINE - Journal de Physique, 23, p. 749 (1962)
- H. CONRAD, R. ARMSTRONG, H. WIEDERSICH, G. SCHOECK - Phil. Mag. 6, p. 177 (1961)
- H. CONRAD, L. HAYS, G. SCHOECK, H. WIEDERSICH - Acta Met., 9, p. 367 (1961)
- H. CONRAD, W.D. ROBERTSON - Trans. AIME, 209, p. 503 (1957)
- H. CONRAD, W.D. ROBERTSON - Trans. AIME, 212, p. 536 (1958)
- A.H. COTTRELL - Relation of Properties to Microstructure (Am. Soc. Met.) 1953
- R. DE LUCA, J.G. BYRNE - Acta Met., 13, p. 1187 (1965)
- R. DE LUCA, J.G. BYRNE - Trans. Jap. Inst. Met., V. 9 sup., p. 514 (1968)
- J.M. DUPOUY, J.P. POIRIER - Deformation plastique des hexagonaux. (Ecole d'Eté sur la déformation plastique des métaux et des alliages - NANCY-PONT-à-MOUSSON, 1967)

- S. EROS, C.S. SMITH - Acta Met., 9, p. 14 (1961)
- J.D. ESHELBY - Acta Met., 3, p. 487 (1955)
- P. FELTHAM - Brit. J. Appl. Physics, 2-1, p. 303 (1968)
- N.F. FIORE, C.L. BAUER - Prog. in Mat. Sci., 13-2, p. 87 (1967)
- J.C. FISHER - Acta Met., 2, p. 9 (1954)
- R.L. FLEISCHER - Acta Met., 9, p. 996 (1961)
- R.L. FLEISCHER - Acta Met., 10, p. 835 (1962)
- R.L. FLEISCHER - Acta Met., 11, p. 203 (1963)
- R.L. FLEISCHER, W.R. HIBBARD - The relation between the Structure and Mechanical Properties of Metals (London: HMSO) 1963
- P.A. FLINN - Acta Met., 6, p. 631 (1958)
- J.E. FOREMAN, J.J. MAKIN - Phil. Mag., 14, p. 911 (1966)
- J. FRIEDEL - Dislocations, Pergamon Press (1964)
- J.J. GILMAN - Trans. AIME, 8, p. 1326 (1956)
- A.J. GOSS, K.E. BENSON, N.G. PFANN - Acta Met., 4, p. 332 (1956)
- P. HAASEN - Phys. Met., (Ed. E.W. Cahn) North Holland Publis (1965)
- P. HAASEN - Trans. Jap. Inst. Met., V. 9 sup. - p. XL (1967)
- R.K. HAM, D. JAFFREYS - Phil. Mag., 15, p. 267 (1967)
- R.H. HAMMAR, W.C.T. YEH, T.G. OAKWOOD, A.A. HENDRICKSON - Trans. AIME, 239, p. 1692 (1967)
- D. HARDIE, R.N. PARKINS - J. Inst. Met., p. 449 (1956-57)
- D. HARDIE, R.N. PARKINS - Phil. Mag., 4, p. 815 (1959)
- F.E. HAUSER, P.R. LANDON, J.E. DORN - Trans. ASM, 50, p. 856 (1958)
- A.A. HENDRICKSON, M.E. FINE - Trans. AIME, 221, p. 103 (1961)
- A.A. HENDRICKSON, M.E. FINE - Trans. AIME, 221, p. 967 (1961)
- P.B. HIRSCH, J.S. LALLY - Phil. Mag., 12, p. 595 (1965)
- N. INO, M. HIRABAYASHI, S. OGAWA - Trans. J.I.M. 6, p. 122 (1965)
- E.W. KELLEY, W.F. HOSFORD, Jr. - Trans. AIME, 242, p. 5 (1968)
- A. KIDRON, P.S. RUDMAN - Acta Met., 11, p. 1011 (1963)
- J.H. KIRBY, F.W. NOBLE - Phil. Mag., 16, p. 1009 (1967)
- T.J. KOPPENAAL, M.E. FINE - Trans. AIME, 221, p. 478 (1961)
- T.J. KOPPENAAL, M.E. FINE - Trans. AIME, 224, p. 3117 (1962)
- W. KOSTER, H. FRANZ - Metal. Rev., N° 6, p. 1 (1961)
- K. LALL - Thèse (Paris, 1966)

- E.D. LEVINE, W.F. SHEELY, R.R. NASH - Trans. AIME, 215, p. 521 (1959)
- T.R. LONG, C.S. SMITH - Acta Met., 5, p. 200 (1957)
- J.D. MOTE, K. TANAKA, J.E. DORN - Trans. AIME, 221, p. 858 (1961)
- H. NEUHAUSER - Phys. Stat. Sol., 25, p. 593 (1968)
- P.G. PARTRIDGE - Metall. Rev., N. 118, p. 169 (1967)
- G.R. PIERCY, R.W. CAHN, A.H. COTTRELL - Acta Met., 3, p. 331 (1955)
- P.B. PRICE - Electr. Microscopy and Strength of Crystals, p. 41, Interscience Pub. (1963)
- R.M. QUIMBY, J.D. MOTE, J.E. DORN - Trans. ASM, 55, p. 149 (1962)
- B.R. RIDDHAGNI, R.M. ASIMOV - J. Appl. Phys., 39, p. 4144 (1968)
- E. ROBERTS, P.G. PARTRIDGE - Acta Met., 14, p. 513 (1966)
- D. RUHLICKE - Phys. Stat. Sol., 8, p. 93 (1965)
- B. RUSSEL - Phil. Mag., 8, p. 615 (1963)
- I. SAXL - Czechosl. Acad. Sci. Reg., B14, 381 (1964)
- H. SCHARF, P. LUKAC, M. BOCEK, P. HAASEN - Z. Metallk., 59, p. 799 (1968)
- E. SCHMID, G. SIEBEL - Z. Electrochem., 37, p. 447 (1931)
- G. SCHOECK - Phys. Stat. Solidi, 8, 499 (1965)
- K. SCHUBERT, F. GAUZZI, K. FRANK - Z. Metallk., 54, p. 422 (1963)
- Ch. SCHWINK, H. TRAUB - Phys. Stat. Sol., 30, p. 387 (1968)
- J.V. SHARP, J.W. CHRISTIAN - Phys. Stat. Sol., 11, p. 831 (1965)
- J.V. SHARP, M.J. MAKIN, J.W. CHRISTIAN - Phys. Stat. Sol., 11, p. 845 (1965)
- W.F. SHEELY, E.D. LEVINE, R.R. NASH - Trans AIME, 215, p. 693, (1959)
- W.F. SHEELY, R.R. NASH - Trans. AIME, 218, p. 416 (1960)
- L.J. SLUTSKY, C.W. GARLAND - Phys. Rev., 107, p. 972 (1957)
- J.F. SMITH, V.L. SCHNEIDER - J. Less Common Met., 7, p. 17 (1964)
- H. SUZUKI - Sci. Rep. Res. Inst. Tokyo Univ., A 6, 30 (1954)
- H. SUZUKI - Dislocation and Mechanical Properties of Crystals (J. Wiley & Sons) (1957)
- W.J. TEGART - J. Inst. Metals, 89, p. 215 (1960-61)
- D.P. WILLIAMS, H.G. NELSON - Trans. AIME, 233, p. 1339 (1965)
- H. YOSHINAGA, R. HORIUCHI - Trans. Jap. Inst. Met., 3, p. 220, (1962)
- I.K. ZASIMCHUK, D.Y.E. OVSIYENKO - Phys. Met. Metallov., 24 N° 2, p. 121 (1967)

T en °K	77	209	213	298
éprouvette Mg	3 ; 18 ; 20 ; 21 ; 30 ; 31	7	28	2 ; 14 ; 17 ; 19 ; 24 ; 26 ; 32
τ_0 en g/mm ²	112 ; 82 ; 114 ; 120 ; 96 ; 88	86	79	76 ; 62 ; 58 ; 38 ; 60 ; 74 ; 63
τ_0 moyen g/mm ²	102	82		68,7
$\Delta\tau$ en g/mm ² pour $\frac{\dot{g}_2}{\dot{g}_1} = 10$	4,5 ; 4,3 ; 5,4	2	2	1,7 ; 2,1

$$\Delta\tau (213^\circ \text{ K}) = 2 \text{ g/mm}^2 \left(\frac{\partial \tau_0}{\partial T} \right) (213^\circ \text{ K}) = - \frac{\tau_0(77) - \tau_0(298)}{221}$$

$$\Delta\alpha (213^\circ \text{ K}) = 0,55 \text{ eV}$$

TABEAU I : τ_0 pour le magnésium pur

T en °K	τ_0 g/mm ²	$\partial\tau/\partial T$ g/mm ² x dg	$\Delta\tau$ g/mm ²	C_{44} Kg/mm ²	ΔG en eV	v en Å ³	τ^* en g/mm ²
77	610	1,75	26	1821	0,079	9 590	360
140	480	1,75	28	1778	0,226	16 200	230
165	450	1,75	28	1758	0,324	19 090	200
205	385	1,62	20	1721	0,723	33 200	125
220	360	1,34	17	1705	0,914	41 930	100
250	312	1,04	13	1680	1,294	62 300	52
275	288	0,66	10	1652	1,558	89 000	38
300	260	0,20	8	1626	1,383	121 500	10
340	250	0,04	0	1583			0
360	240		0				
390	248						
420							

TABLERAU 2 - Energie et volume d'activation pour une concentration de 5,5 atomes pour cent.

T en °K	τ_0 g/mm ²	$\partial\tau/\partial T$ g/mm ² x dg	$\Delta\tau$ g/mm ²	C_{44} kg/mm ²	ΔG en eV	v en Å ³	τ^* en g/mm ²
77° K	470	1,53	25	1834	0,068	9 980	270
150° K	358	1,46	27	1785	0,231	18 000	158
200° K	290	1,2	20	1737	0,465	32 400	90
220° K	274	0,96	14	1721	0,634	50 900	74
250° K	242	0,91	10	1700	1,115	81 000	42
275° K	224	0,72	8	1669	1,317	111 400	24
300° K	206	0,48	5,5	1652	1,419	176 700	6
325° K	200	0,24					0

TABLEAU 3 -- Energie et volume d'activation pour une concentration de 3,4 atomes pour cent

	Mg	In	Réf.
Réseau cristallin	hexagonal	tétragonal à faces centrées	
Paramètres $a(\text{\AA})$	3,209	4,600	a et b
$c(\text{\AA})$	5,211	4,945	a et b
Volume par atome ($\text{\AA}^3$)	23,23	26,17	
$\Delta v = \text{\AA}^3$	2,94		
Coeff. ^t de Poisson ν	0,28	0,46	(c)
μ (10^{11} dynes/cm ²)	1,74	0,372	(c)
χ (10^{-12} cm ² /dynes)	2,95	2,25	(c)

a) Von BATCHELDER, RAEUCHLE (1957)

b) SMITH, SCHNEIDER (1964)

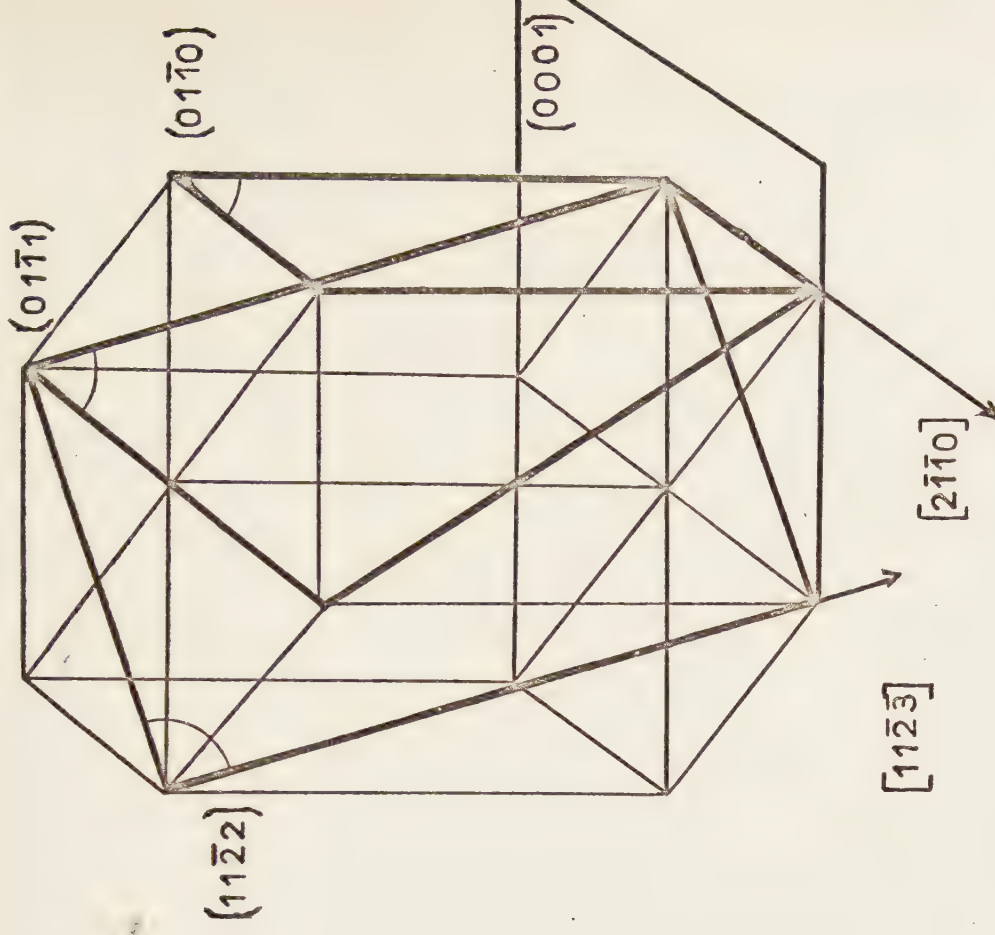
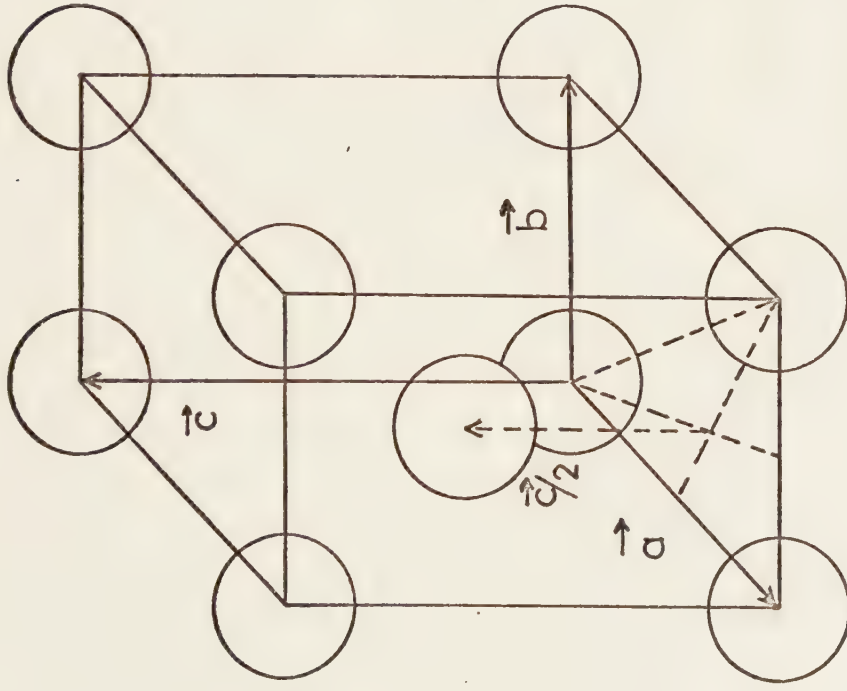
c) KOSTER, FRANZ (1961)

TABEAU 4

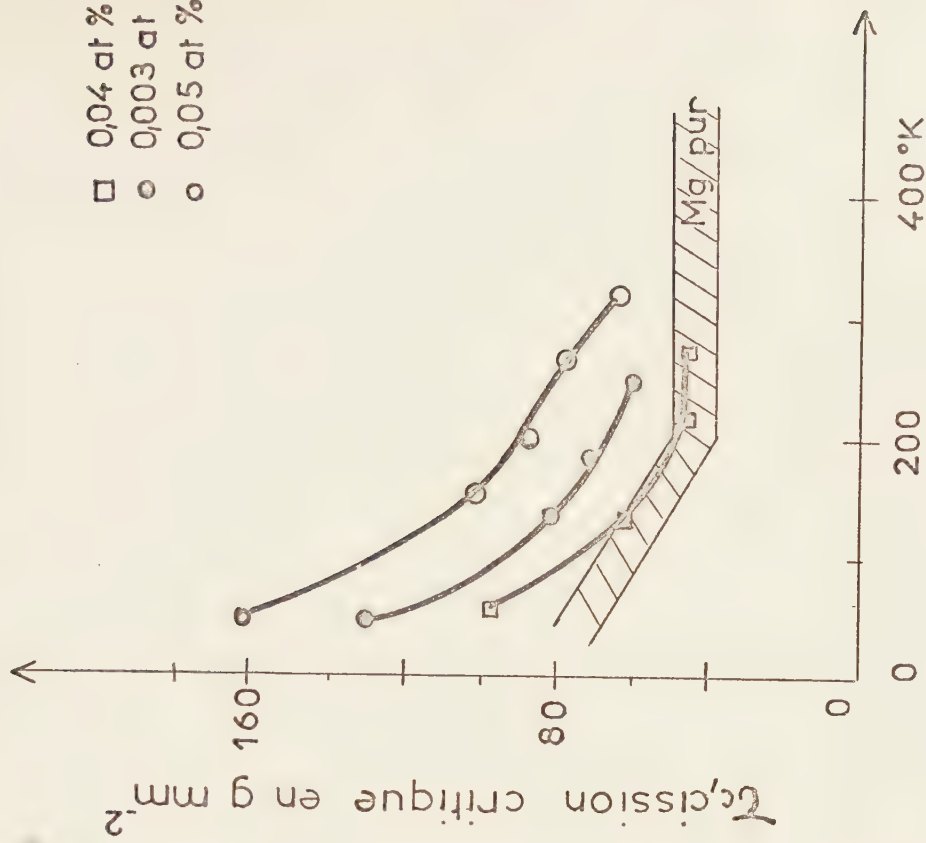
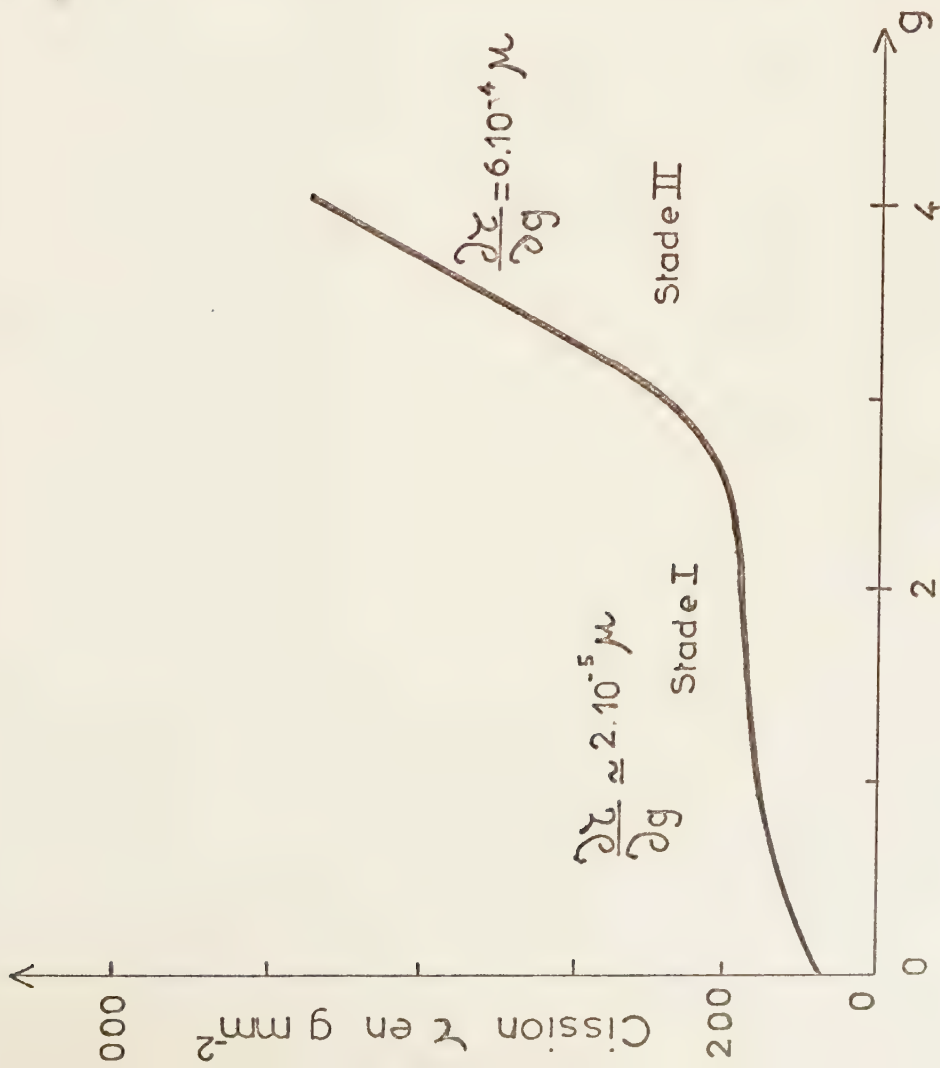
	MgIn 5,5%	MgIn 10%	MgLi 12,5%	MgIn trempé 1,33 % at	MgIn vieilli 1,33 % at	MgCd 2,4 % at	Mg ₃ Cd ordonné	Mg ₃ Cd désordonné
τ_o (300°K) g/mm ²	270	400	630	310	1200	260	5600	1400
τ_o (77°K) g/mm ²	610	900	1330	490	1570	630		
Réf.			a	b	b	c	d	d

TABEAU 5

- a) QUILBY, NOTE, DORN (1962)
- b) DE LUCA, BYRNE (1965)
- c) SCHARF, LUKAC, BOCEK, HAASEN (1968)
- d) KIRBY, NOBLE (1967)



Maille élémentaire et systèmes de glissement des métaux
hexagonaux compacts



Courbe de traction du magnésium pur (D'après Hirsch Lally 1965)
Influence des additions sur la cission critique sur le plan de
base mesurée en fluage (D'après Sheely Levine Nash 1959)

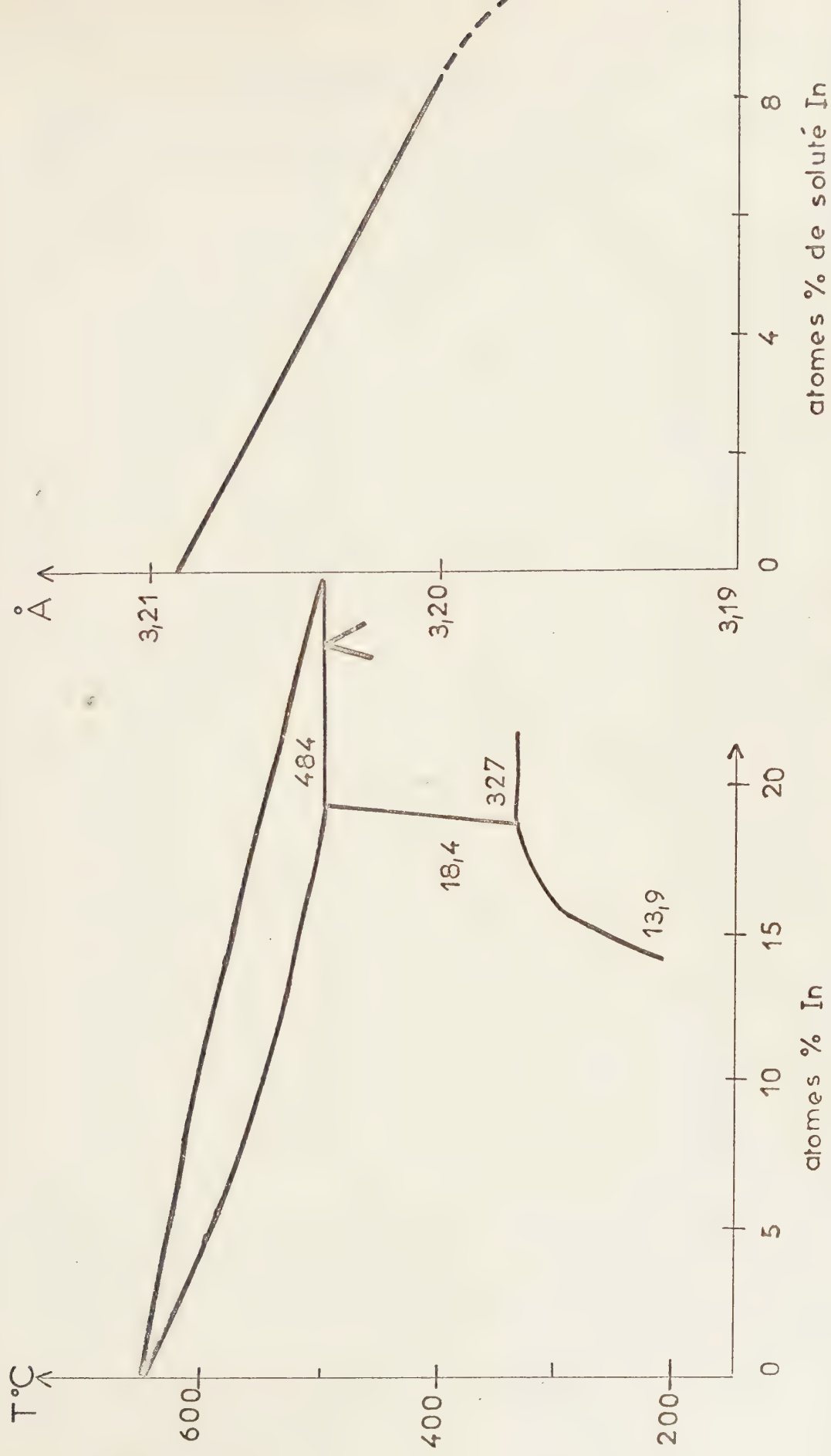


Diagramme d'équilibre Mg-In

et variation du paramètre a en fonction de la concentration

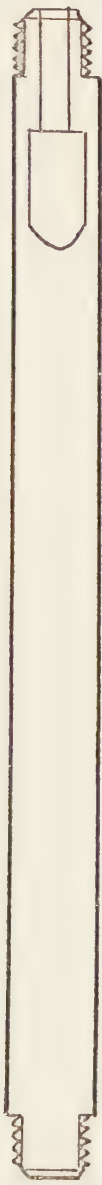
Support de creuset en graphite



Tige
réfrigérante
en cuivre



Moule: Logement du cristal

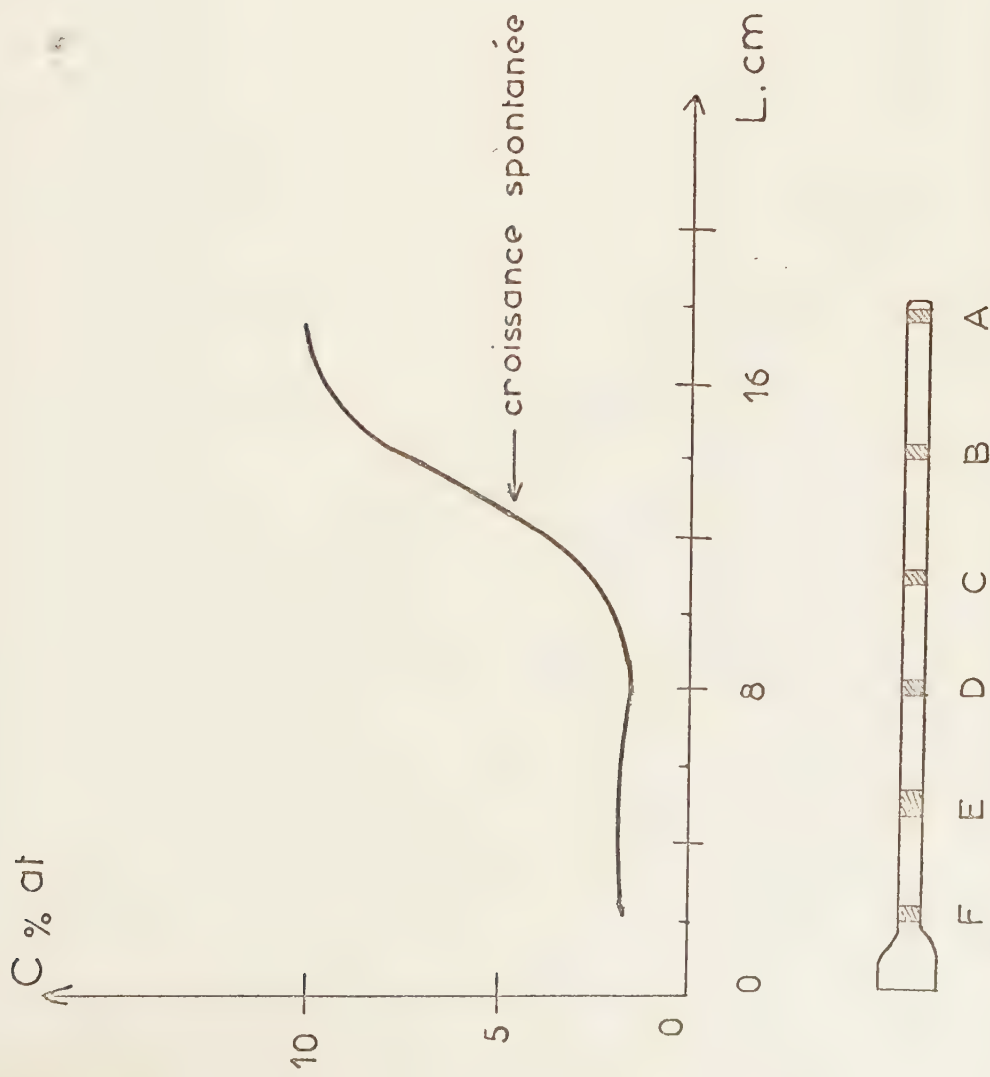


Logement du
metal avant
fusion



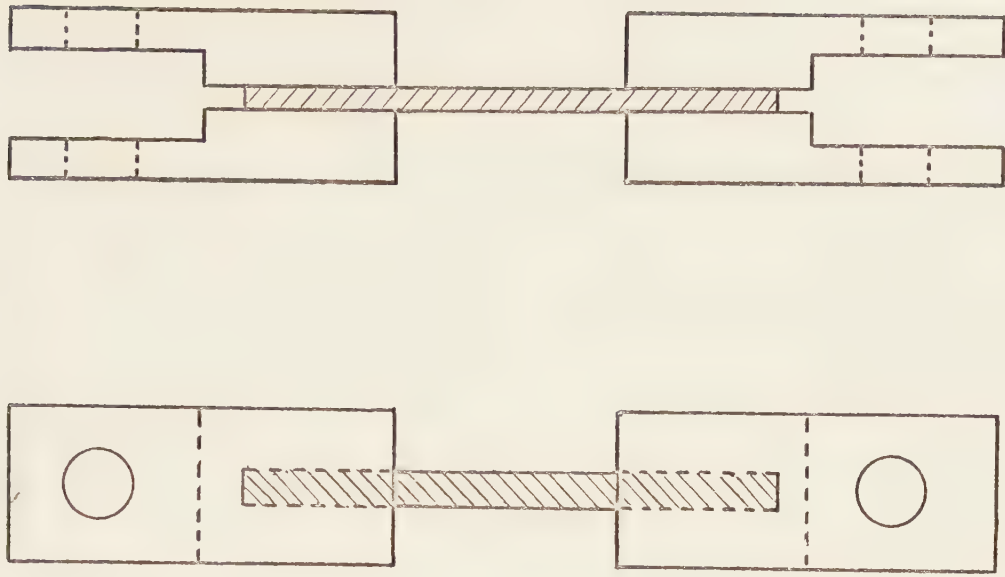
Le creuset utilisé pour la croissance des

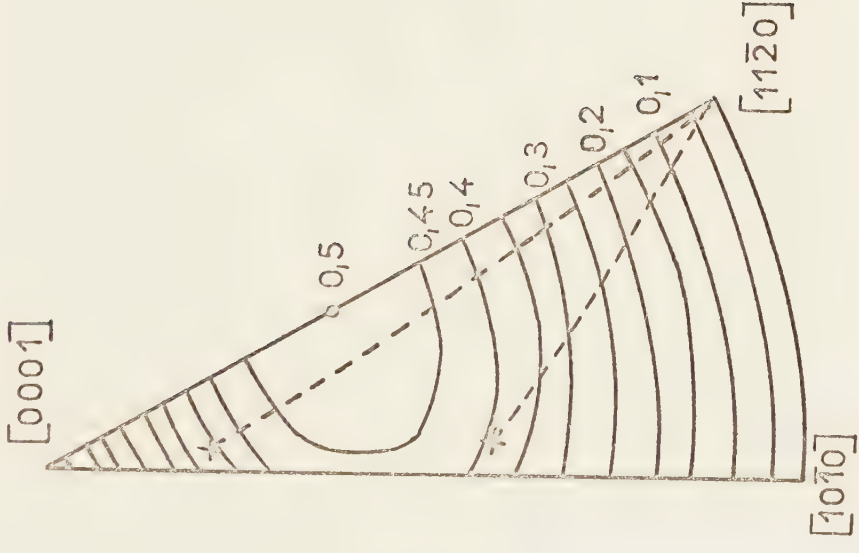
monocristaux



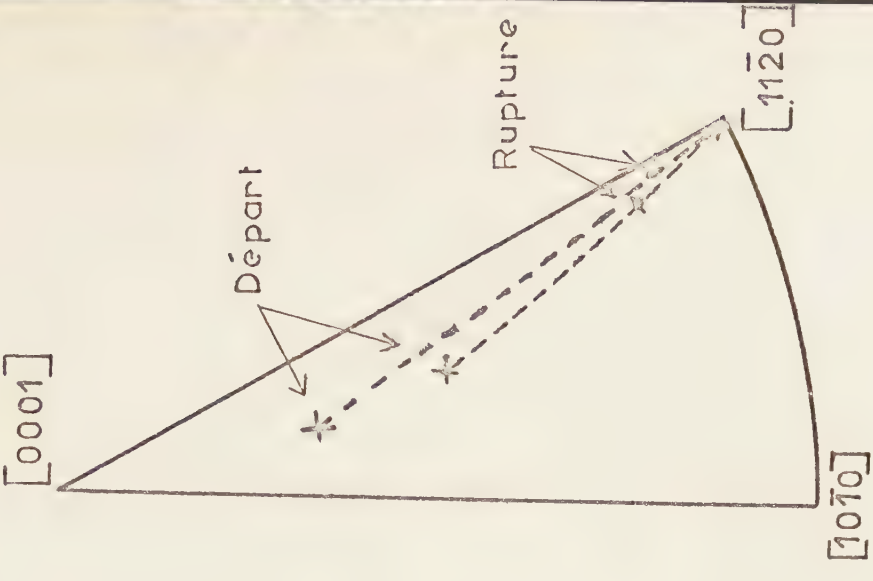
a) Concentration dans un monocristal

b) L'éprouvette de traction





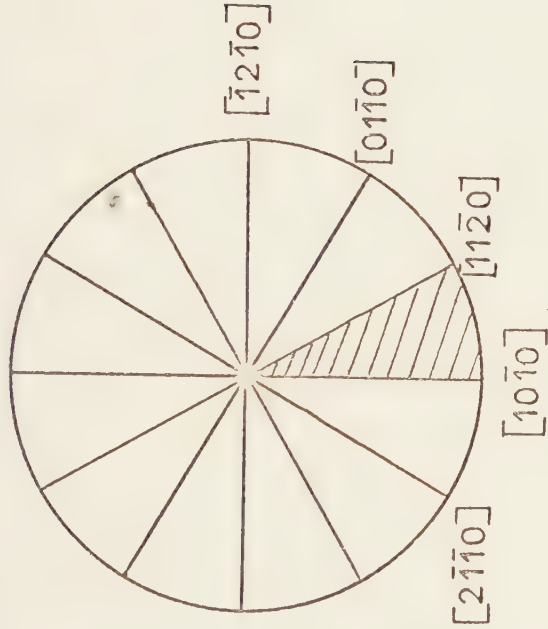
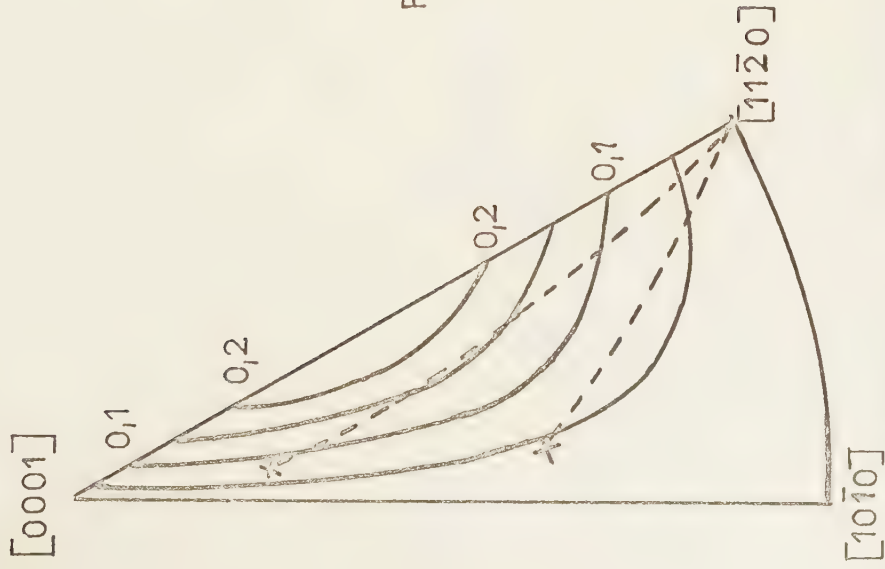
a



b

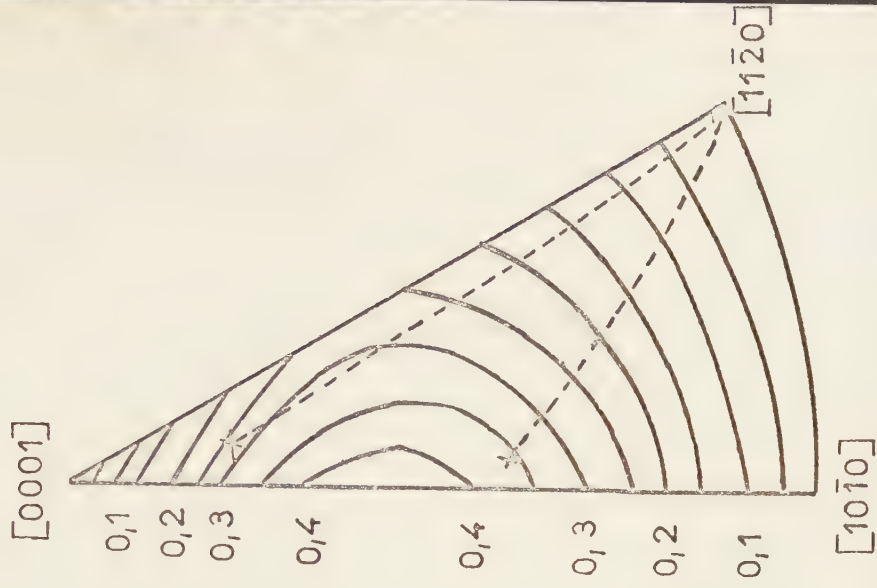
- a) Valeurs du facteur de Schmid pour le système primaire de glissement sur le plan de base; et déplacement de l'axe au cours de la traction
- b) Rotation de quelques éprouvettes au cours de la traction

Glissement (0001) $[\bar{1}2\bar{1}0]$



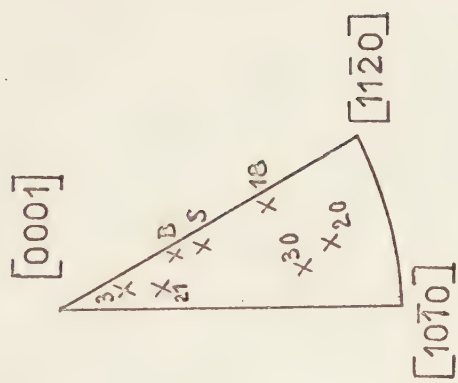
Position du triangle standard

Glissement (0001) $[2\bar{1}\bar{1}0]$

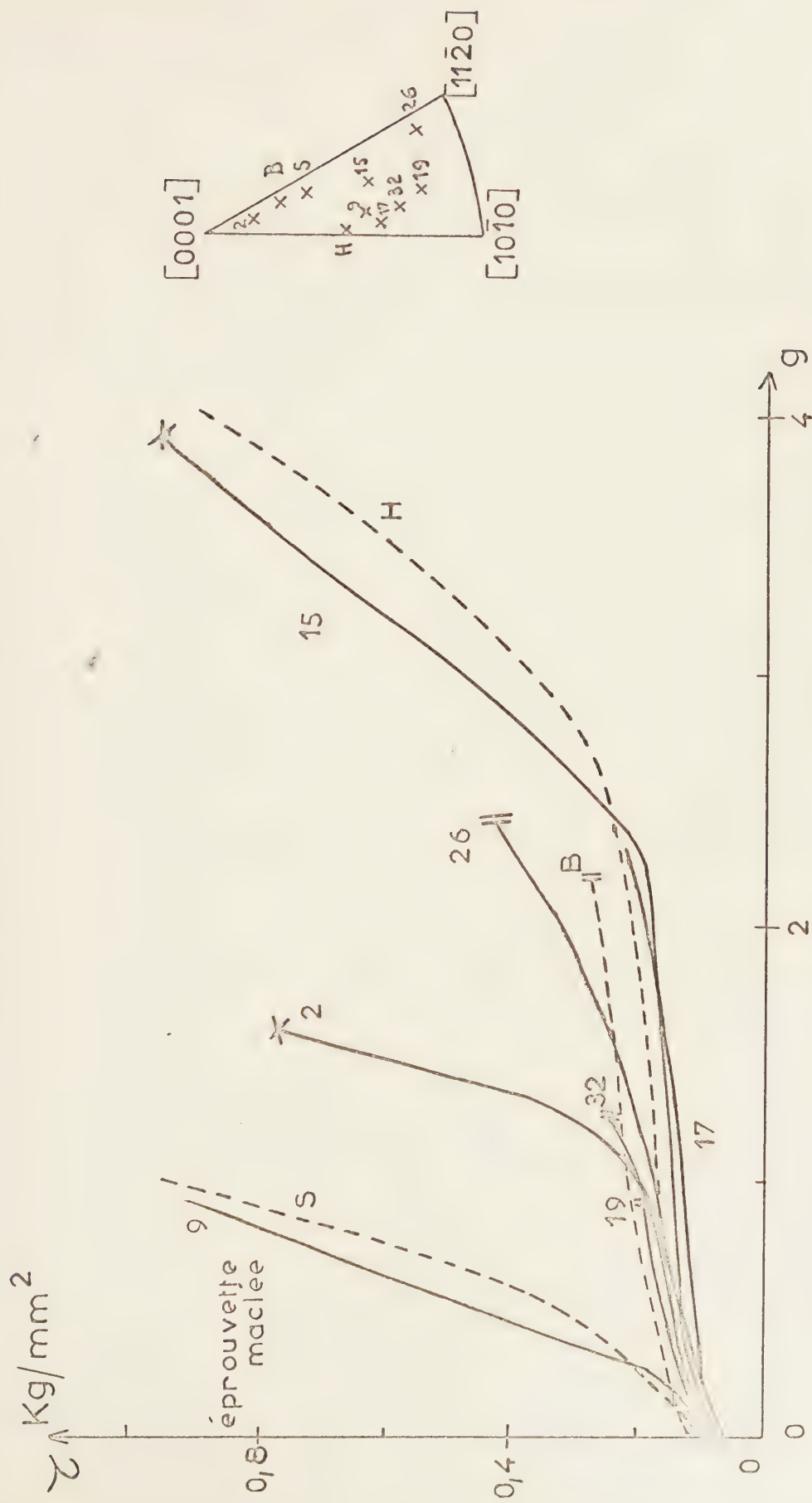


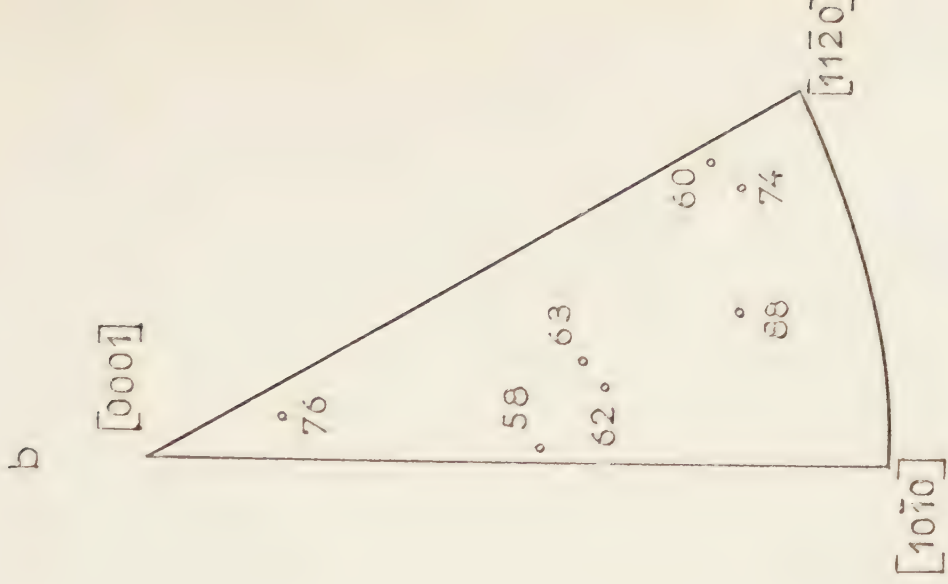
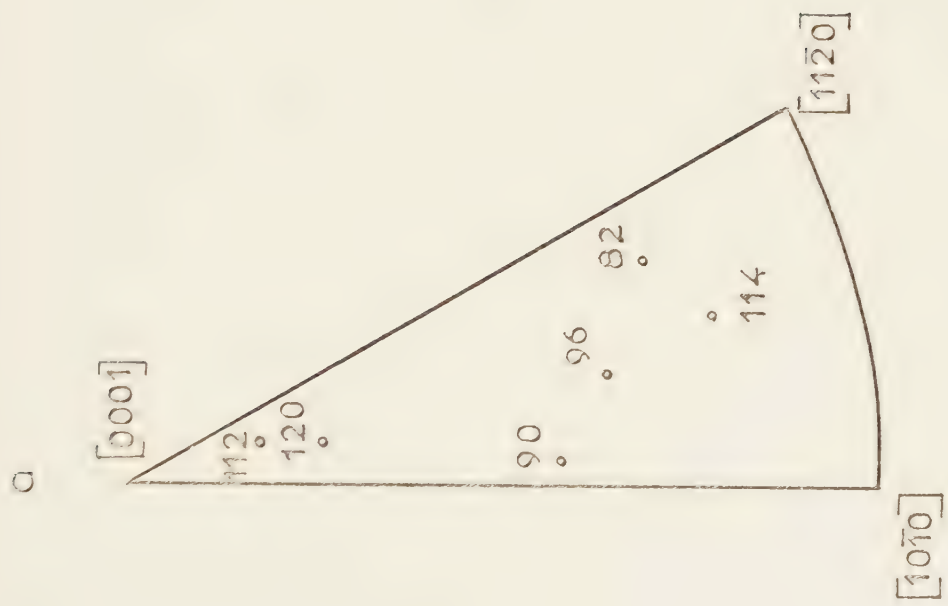
Valeurs du facteur de Schmid pour les systèmes de glissement
secondaire (0001) $[2\bar{1}\bar{1}0]$ et tertiaire (0001) $[\bar{1}2\bar{1}0]$

τ Kg/mm²

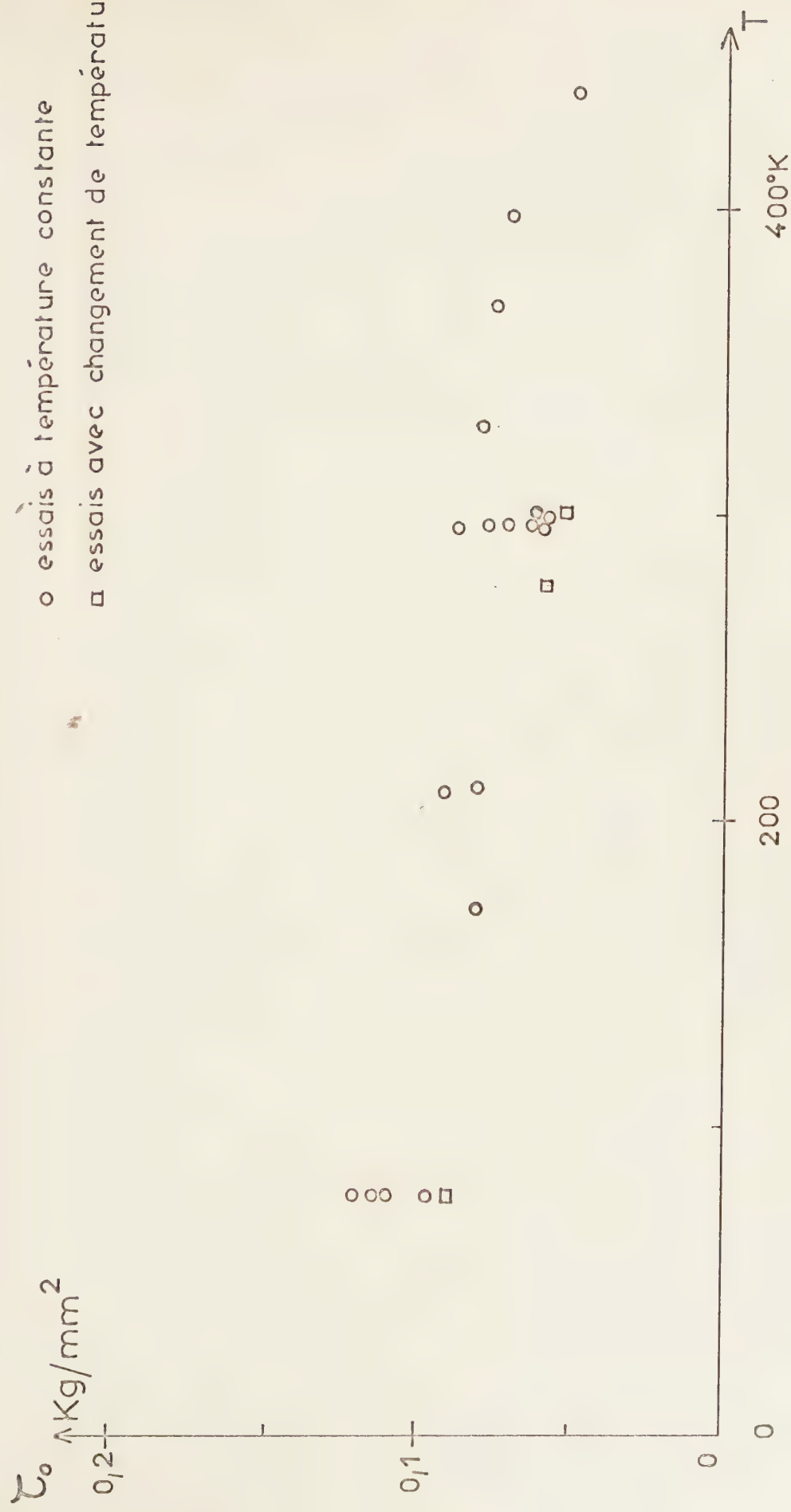


|| essai interrompu
X rupture





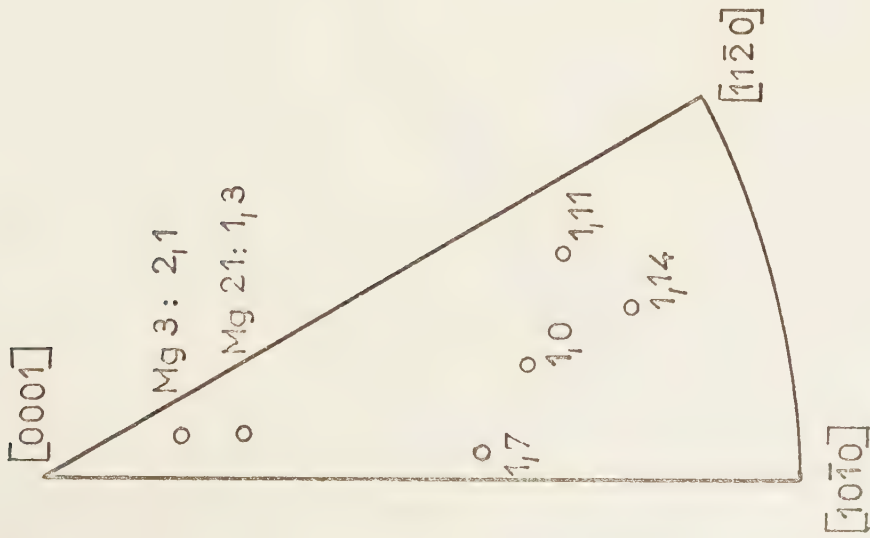
ζ_0 selon l'orientation de l'éprouvette de traction Mg en g.mm^{-2}
 a) à 77°K b) à la température ambiante



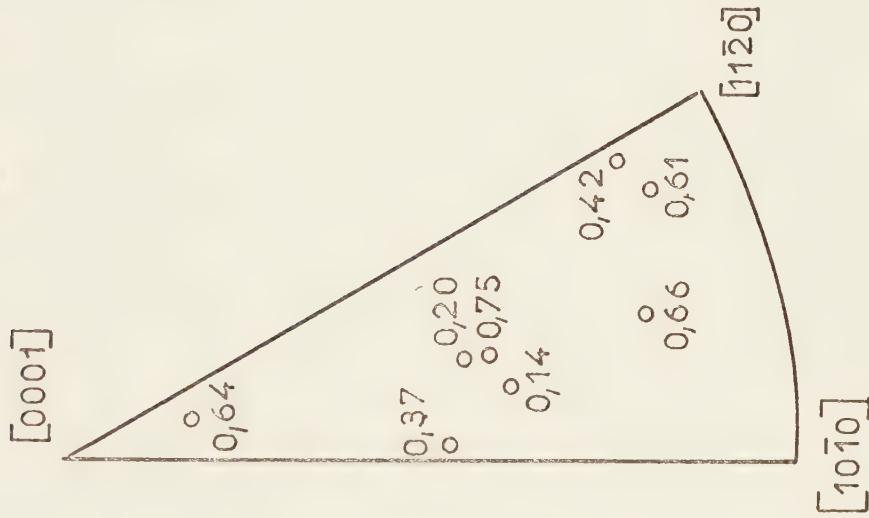
La cission critique pour le glissement sur le plan de base des
éprouvettes de magnésium pur

Mg pur

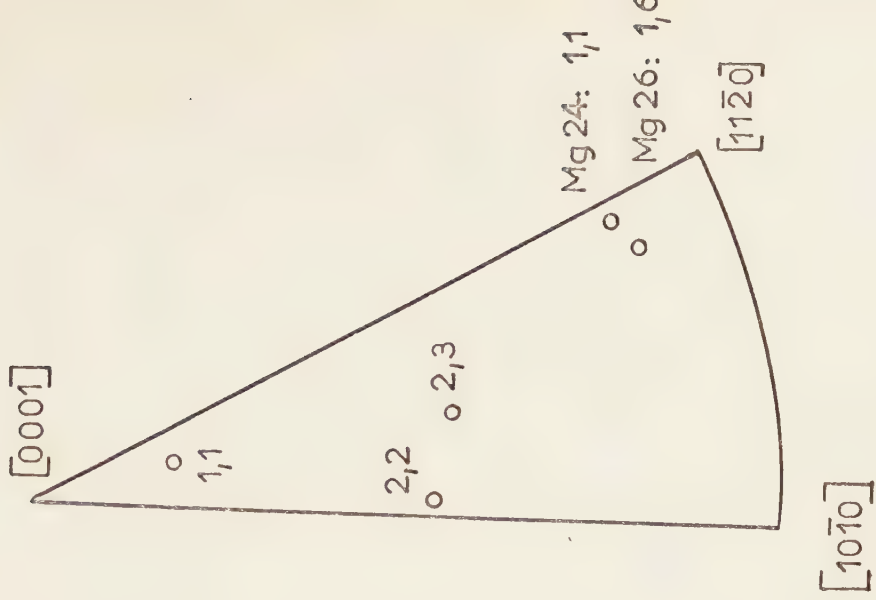
a



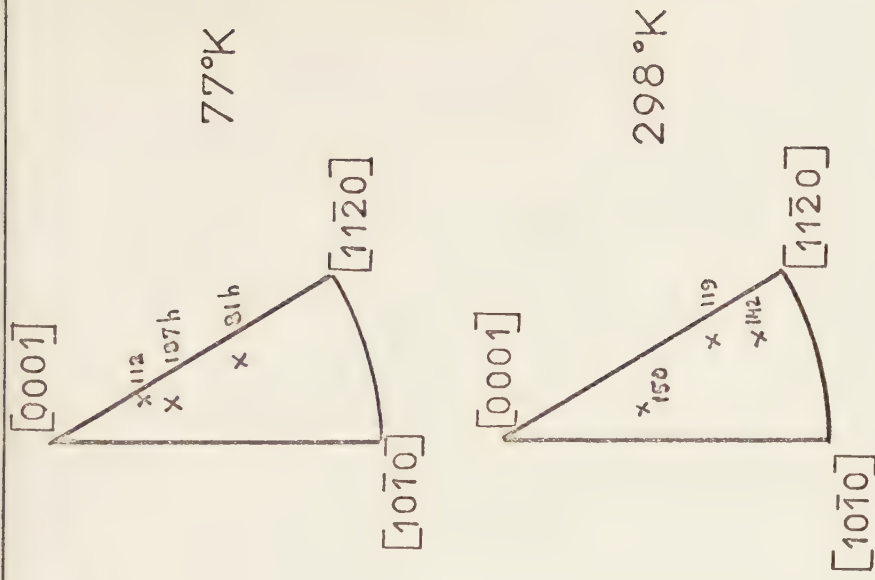
b

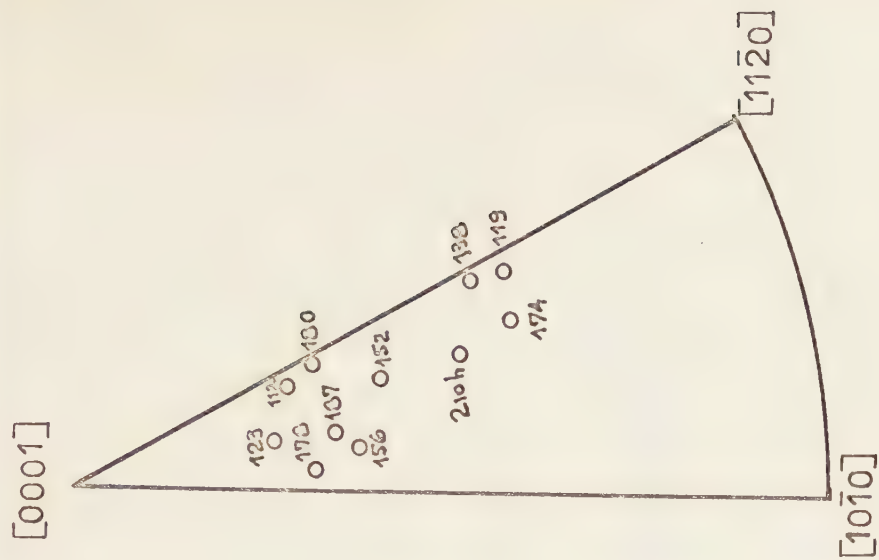
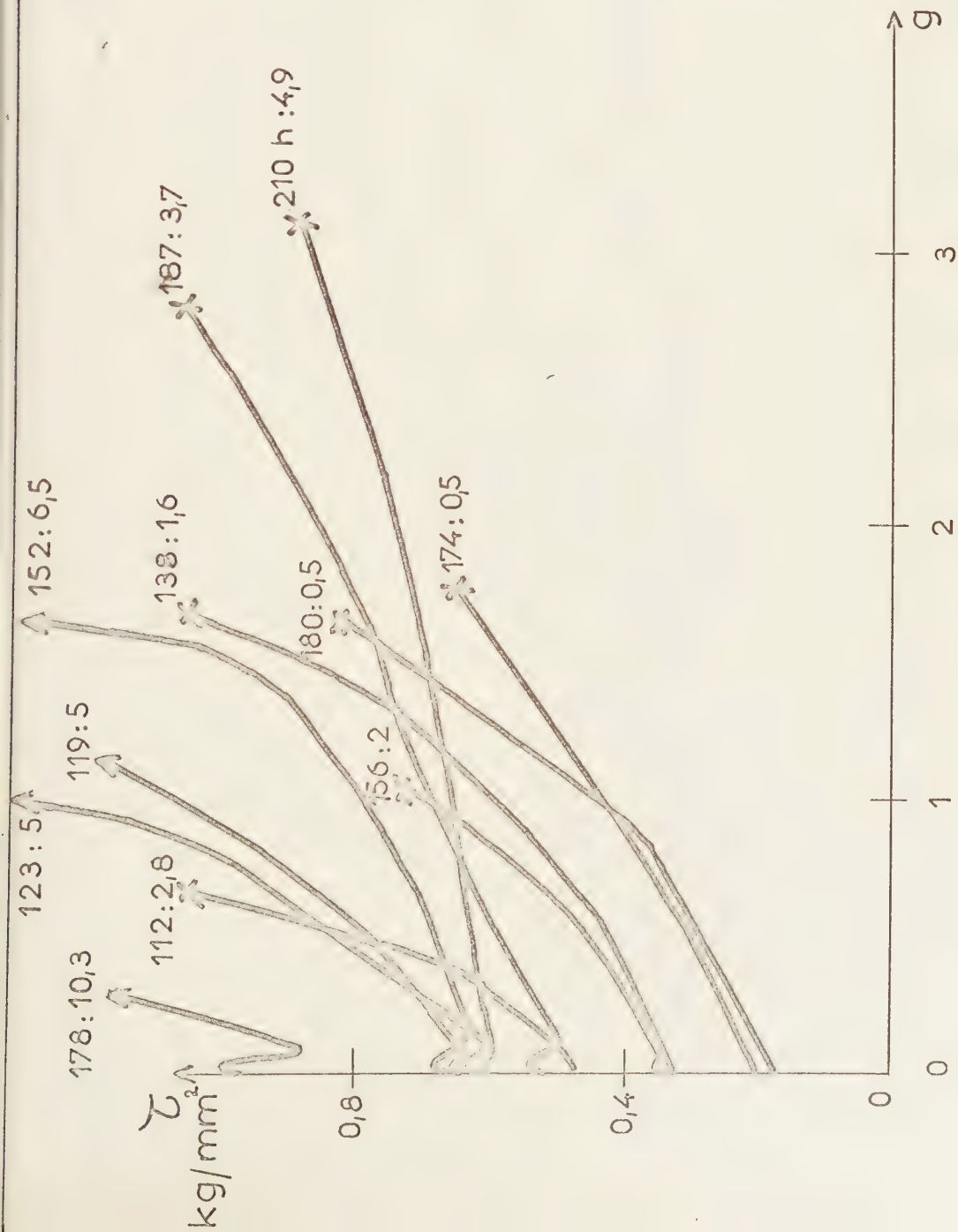


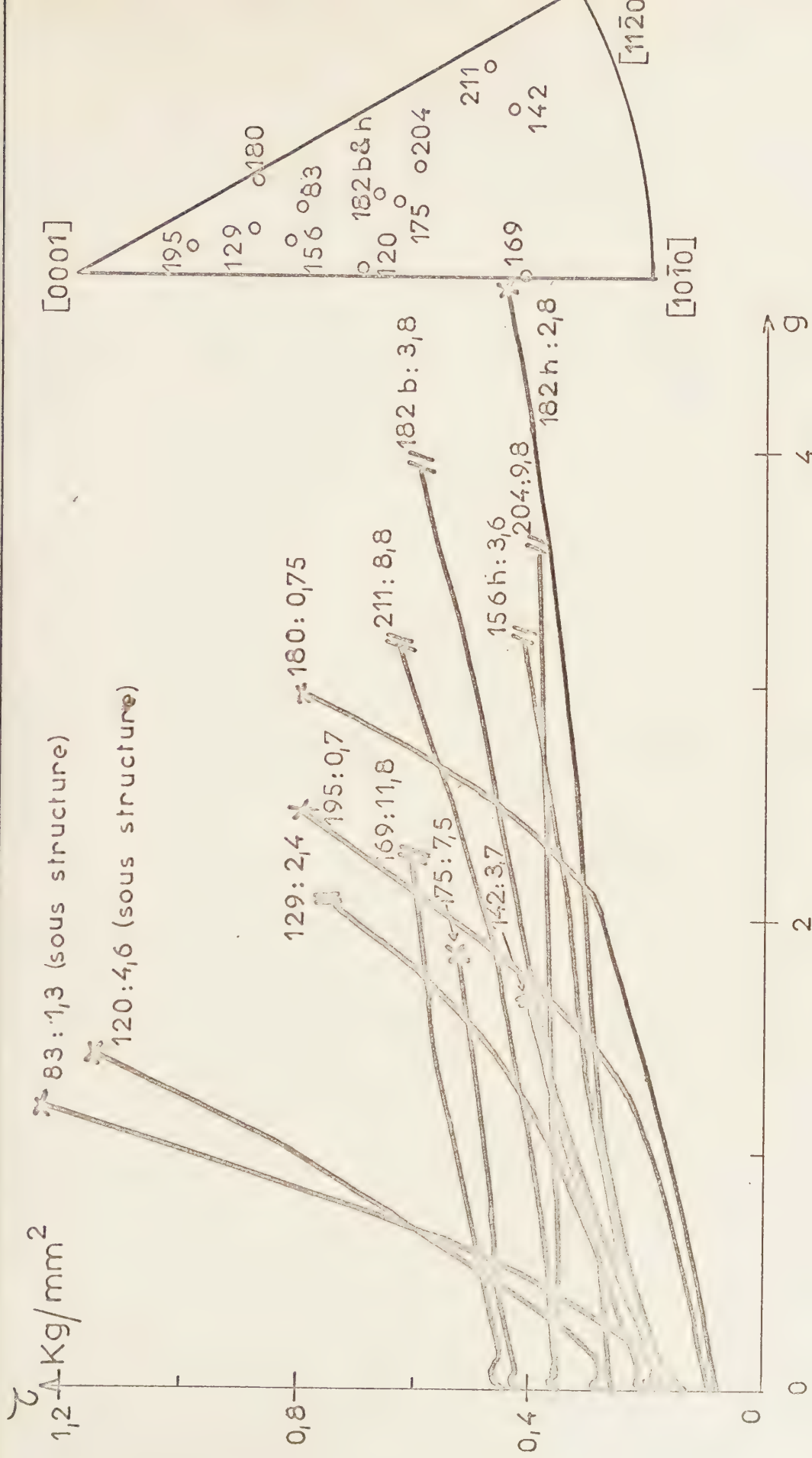
c

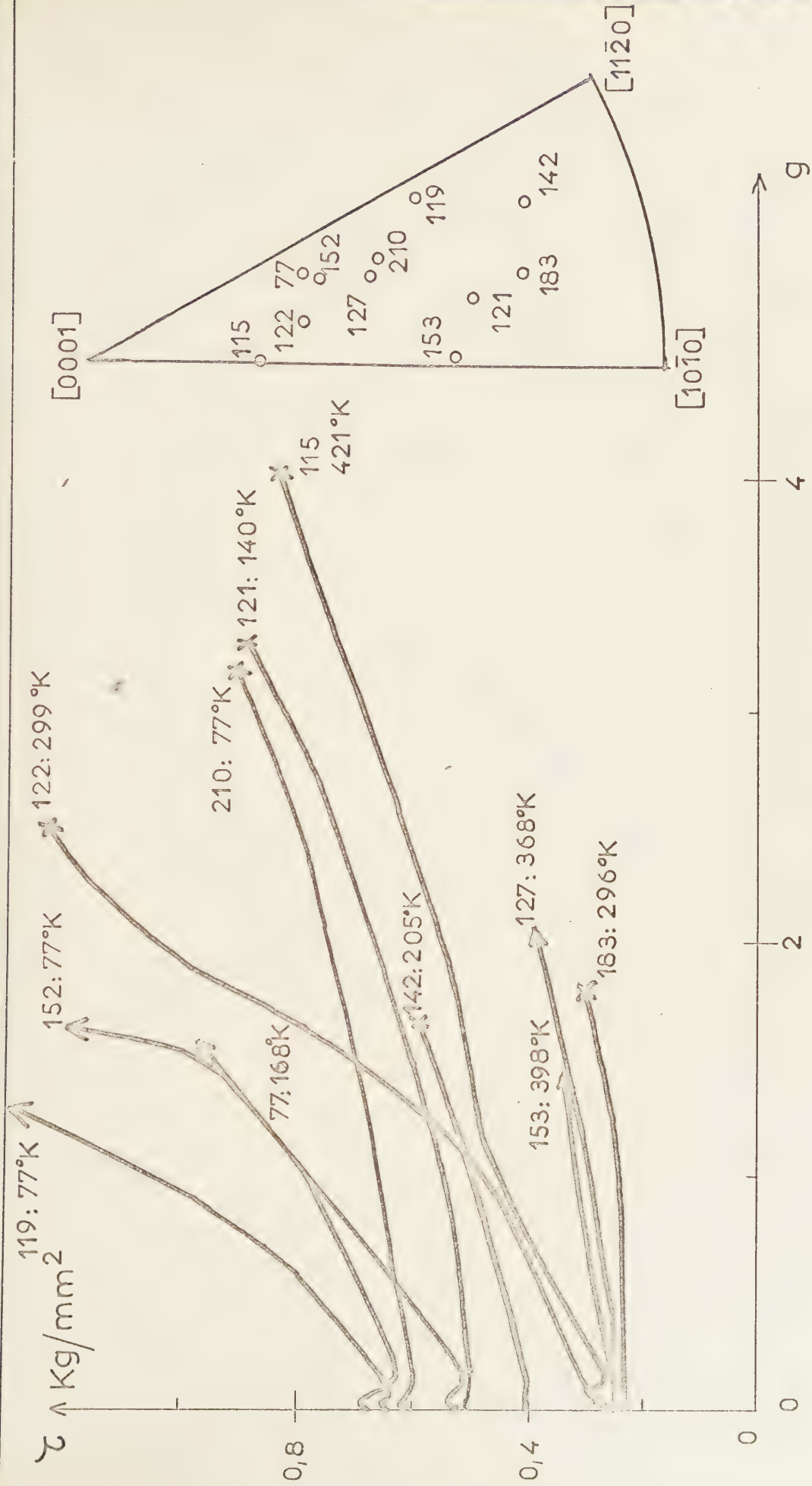


$10^4 \times \theta_i$ selon l'orientation : a) à 77 K b) à la température ambiante
c) glissement g_i à la fin du stade I à 300°K









157

201h

201b

σ Kg/mm²

0,6

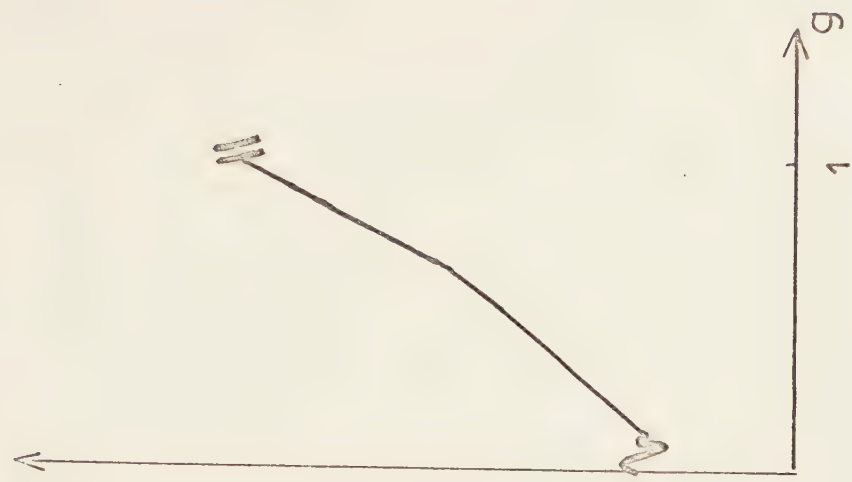
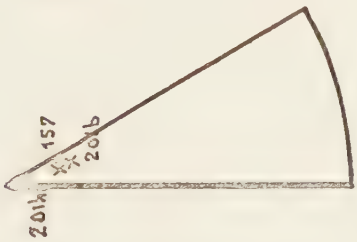
0,4

0,2

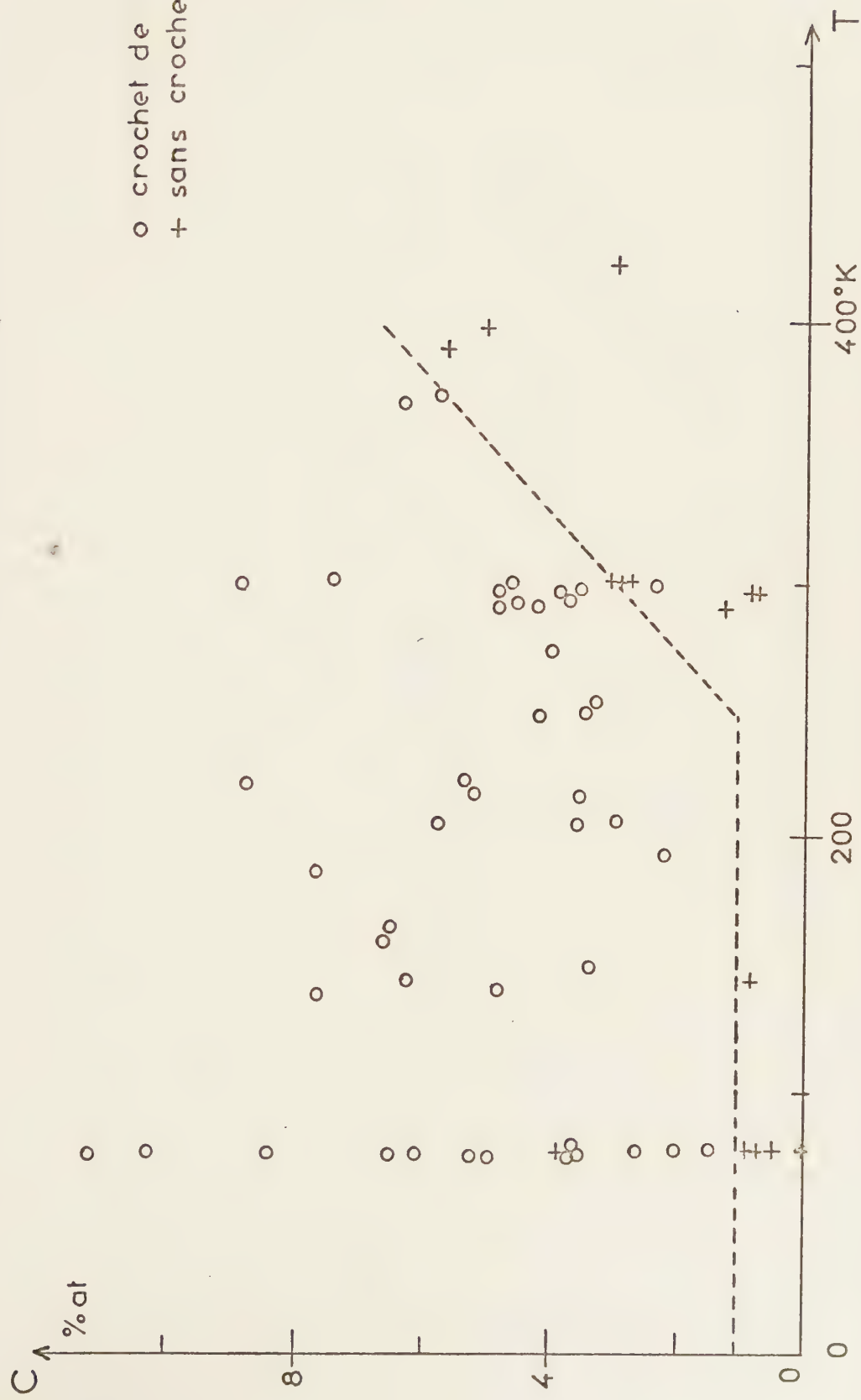
0

1

g



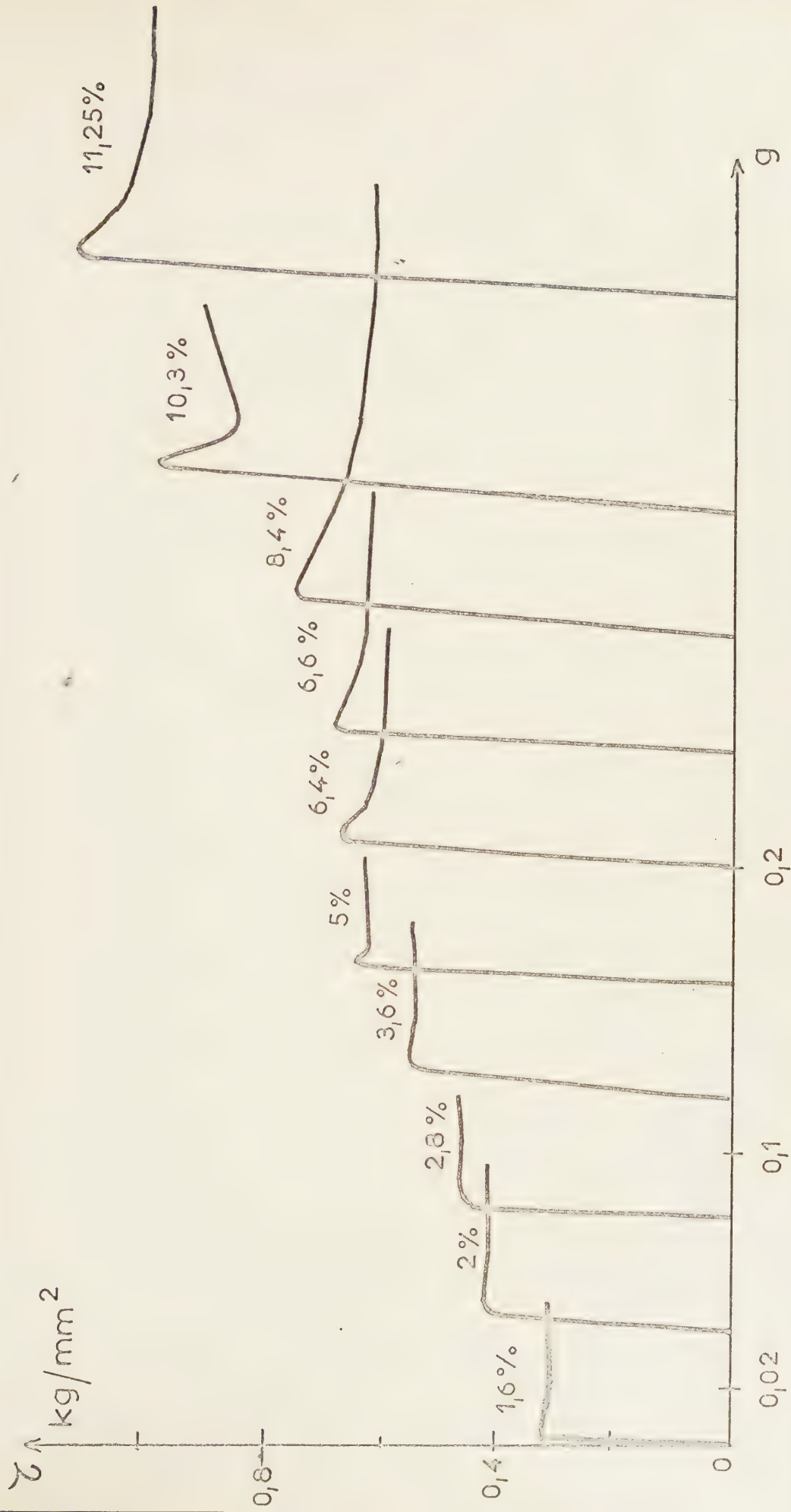
Courbes de traction : $\chi^{\circ} > 70^{\circ}$



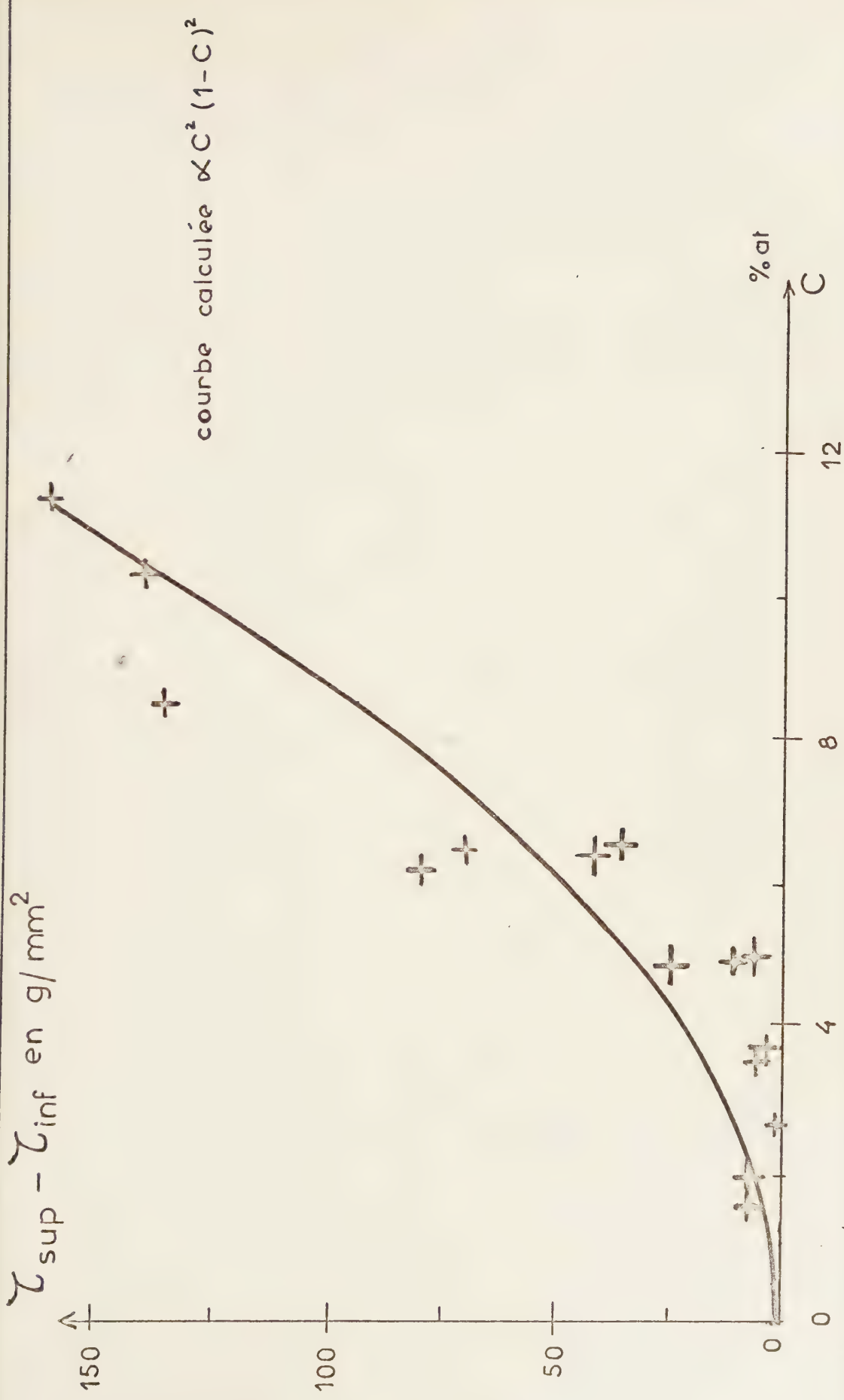
Domaine de température et de concentration où apparaît
 le crochet de traction



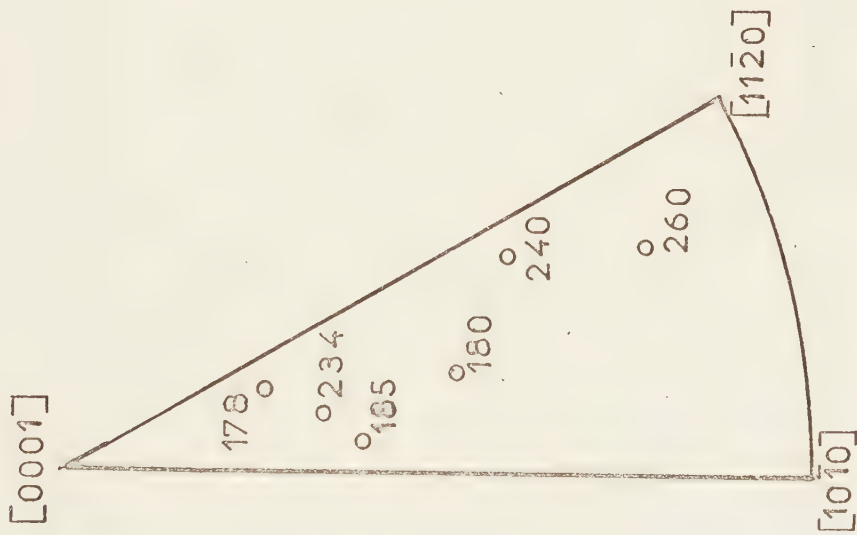
Evolution du crochet de traction avec la température
 $4,5 < C < 6,5 \text{ \% at}$



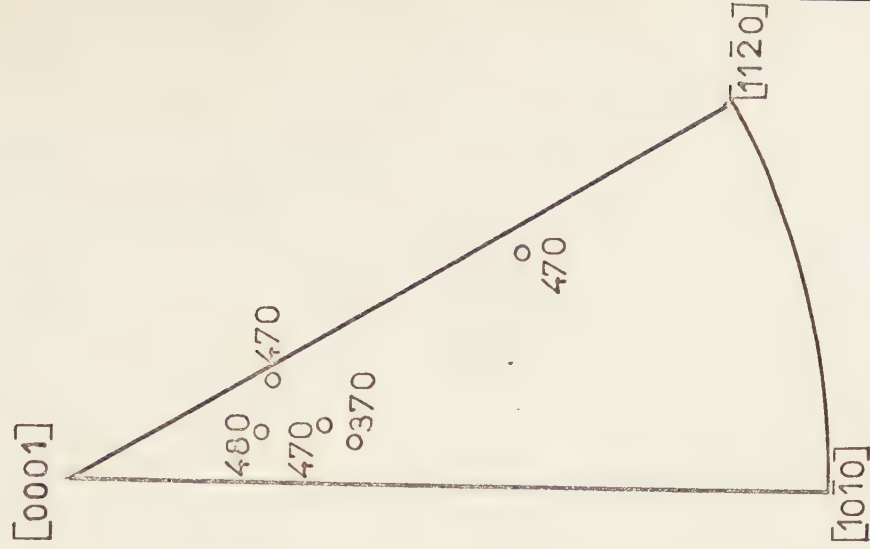
Evolution du crochet de traction à 77°K



a)



b)



Z_0 en g/mm^2 selon l'orientation des éprouvettes: $2,8 < C < 4\%$ at

a) à 298°K

b) à 77°K

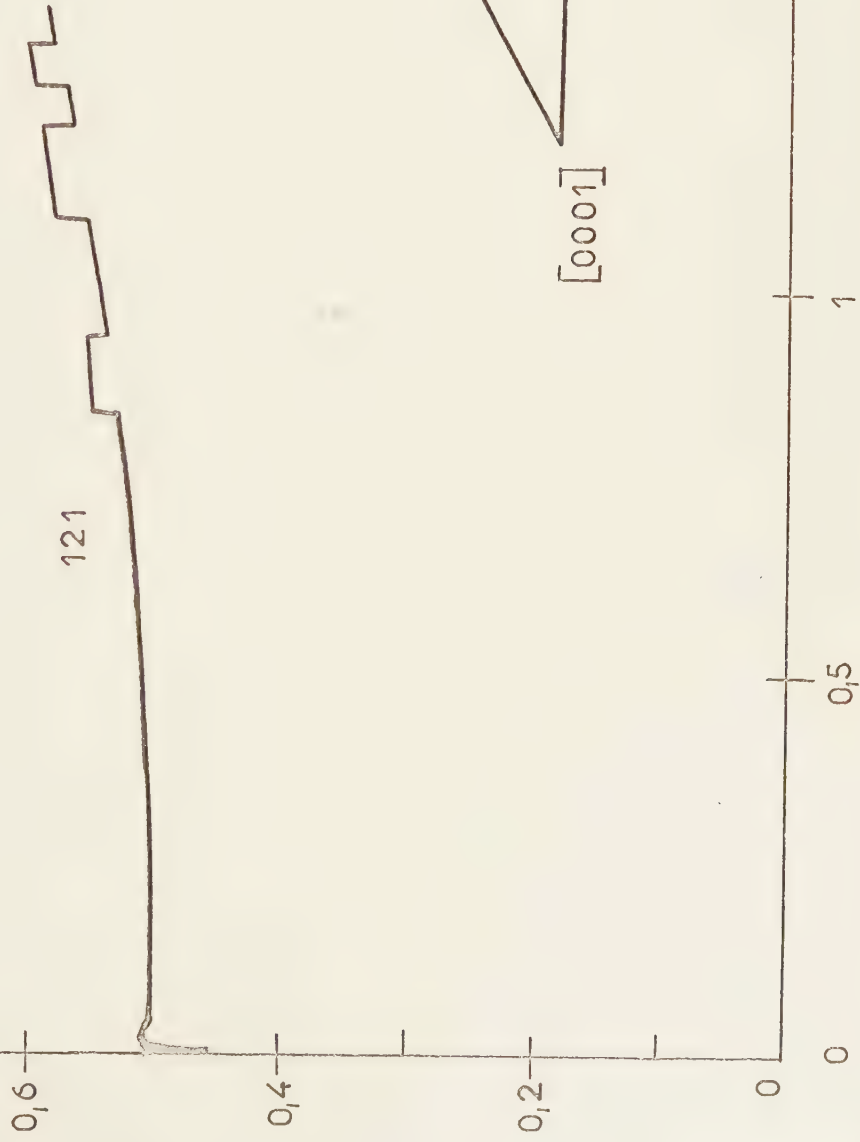
○ essai de traction Mg-In
 ○ essai de traction Mg
 □ Basinski 1960
 Δ Sharp Christian 1965







τ ↑ Kg/mm²

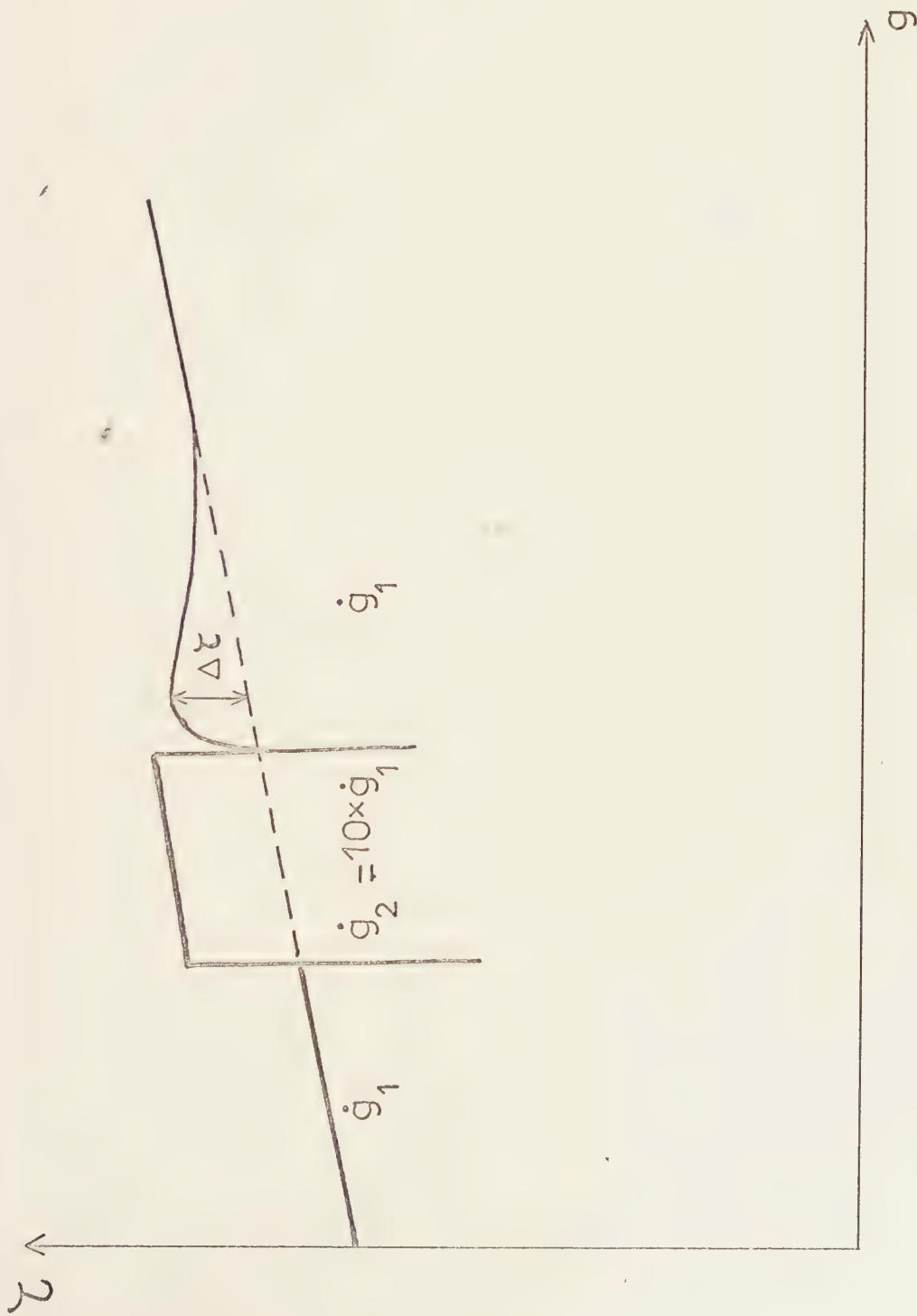


$$\dot{\gamma}_1 / \dot{\gamma}_2 = 10^{-1}$$

$$\dot{\gamma}_1 = 8,8 \cdot 10^{-5} \text{ sec}^{-1}$$



L'influence de la vitesse de déformation sur la cission augmente avec la concentration. (Température des essais 77°K)



$\Delta \tau$ ↑ g/mm²

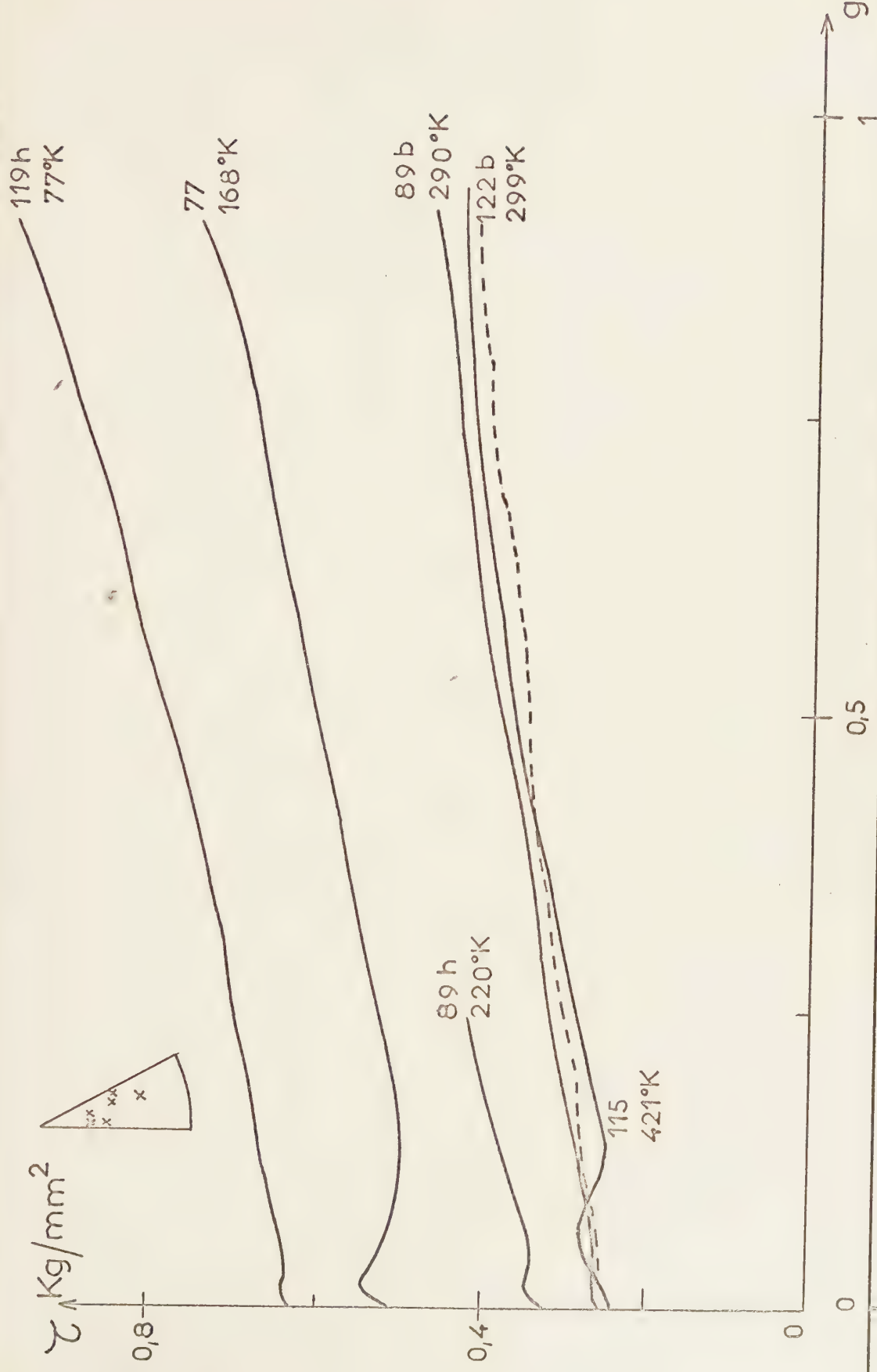
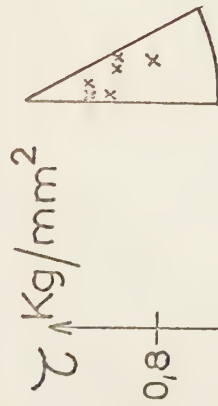
$$\dot{g}_1 / \dot{g}_2 = 10^{-1}$$

○ essais directs

□ essais avec changement de température



L'influence de la vitesse de déformation sur la cission
diminue lorsque la température croît





σ Kg/mm²

0,8

152 h
77°K

121

140°K

142 h

205°K

0,4

127

368°K

0

0,5

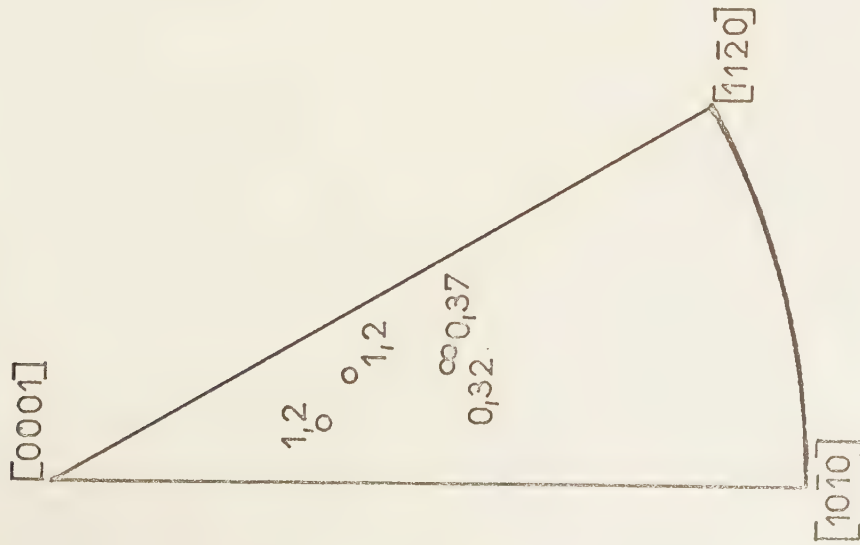
1

g

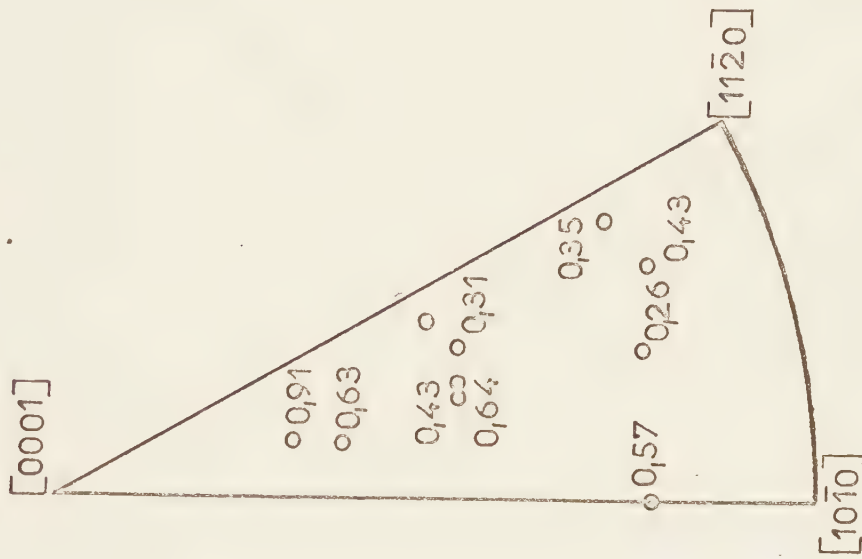
32

4,5 < C < 6,5 Cristaux à vitesse de croissance 2 mm/h

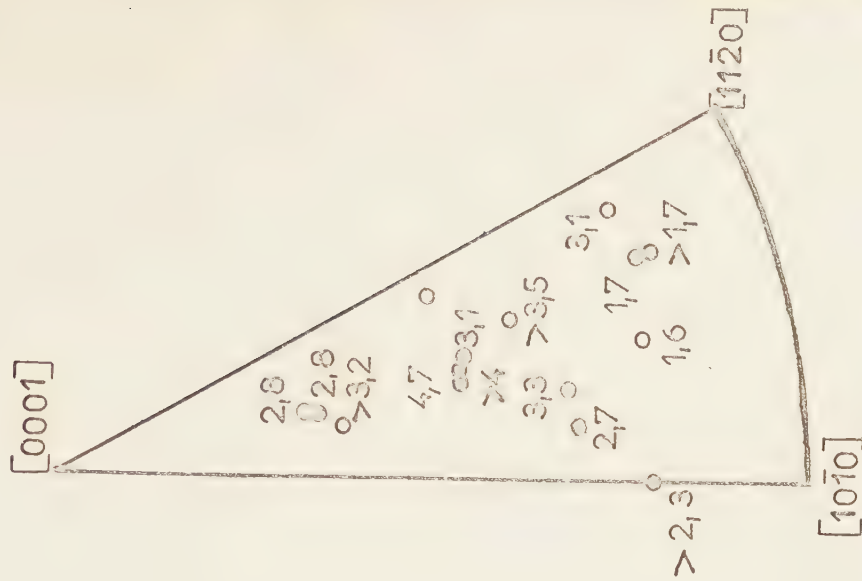
a



b



c



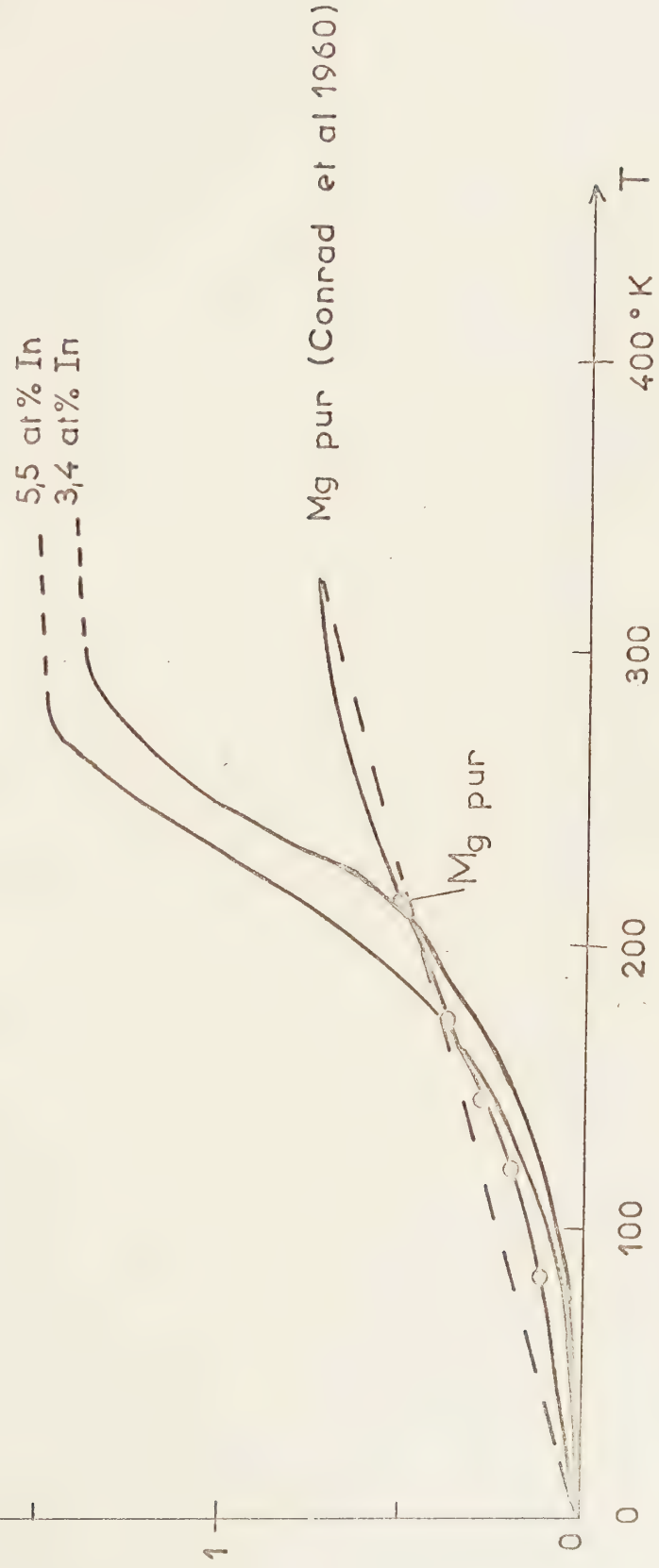
$10^4 \times \theta_f$ selon l'orientation : a) à 77°K b) à 300°K
 c) g_R à la température ambiante ° ou à froid °





ΔG_A en eV

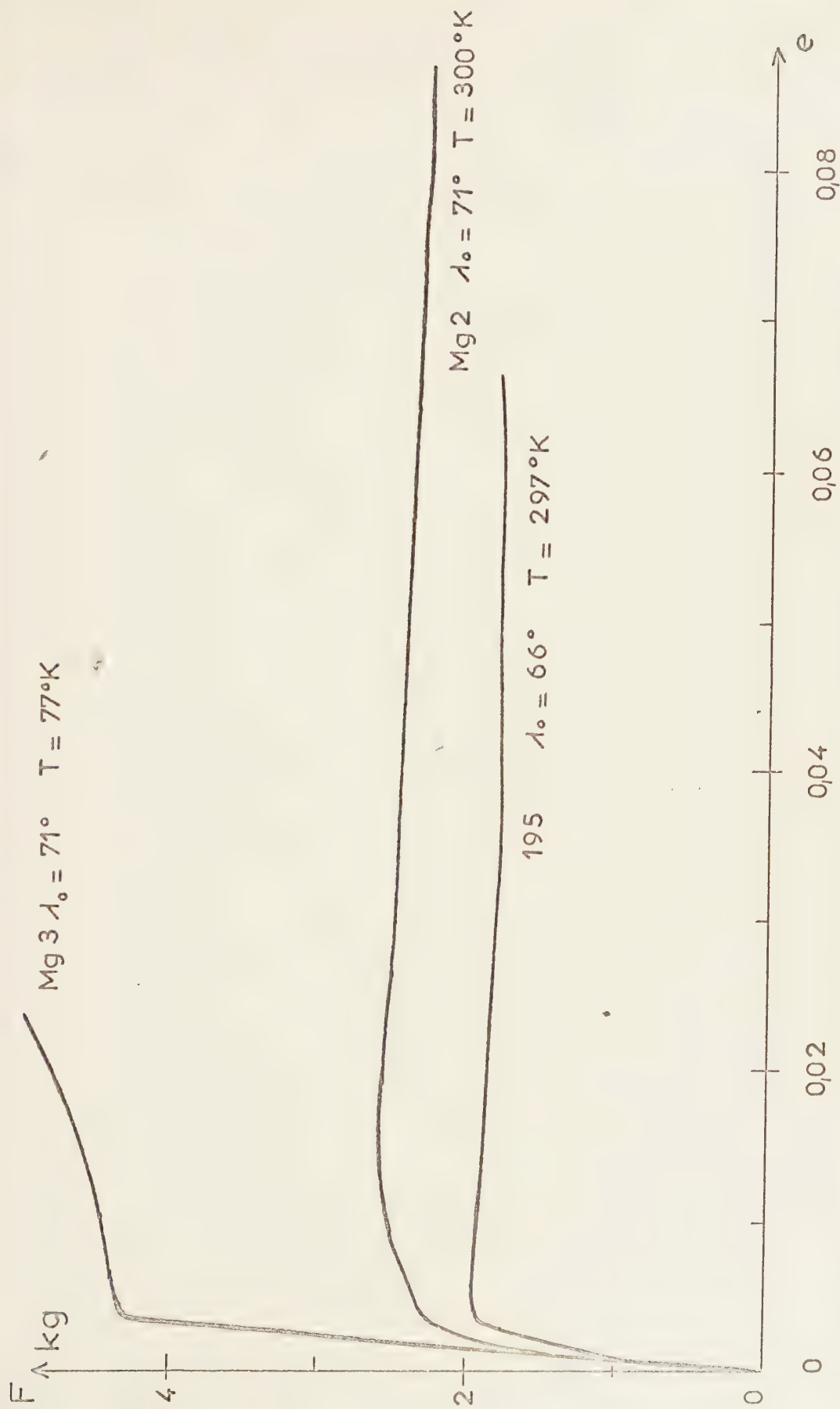
Mg pur [$\cdots$ Conrad et al
 $\cdots$ déduit des mesures
 $\circ$ de Conrad et al
 $\circ$ Présent travail]

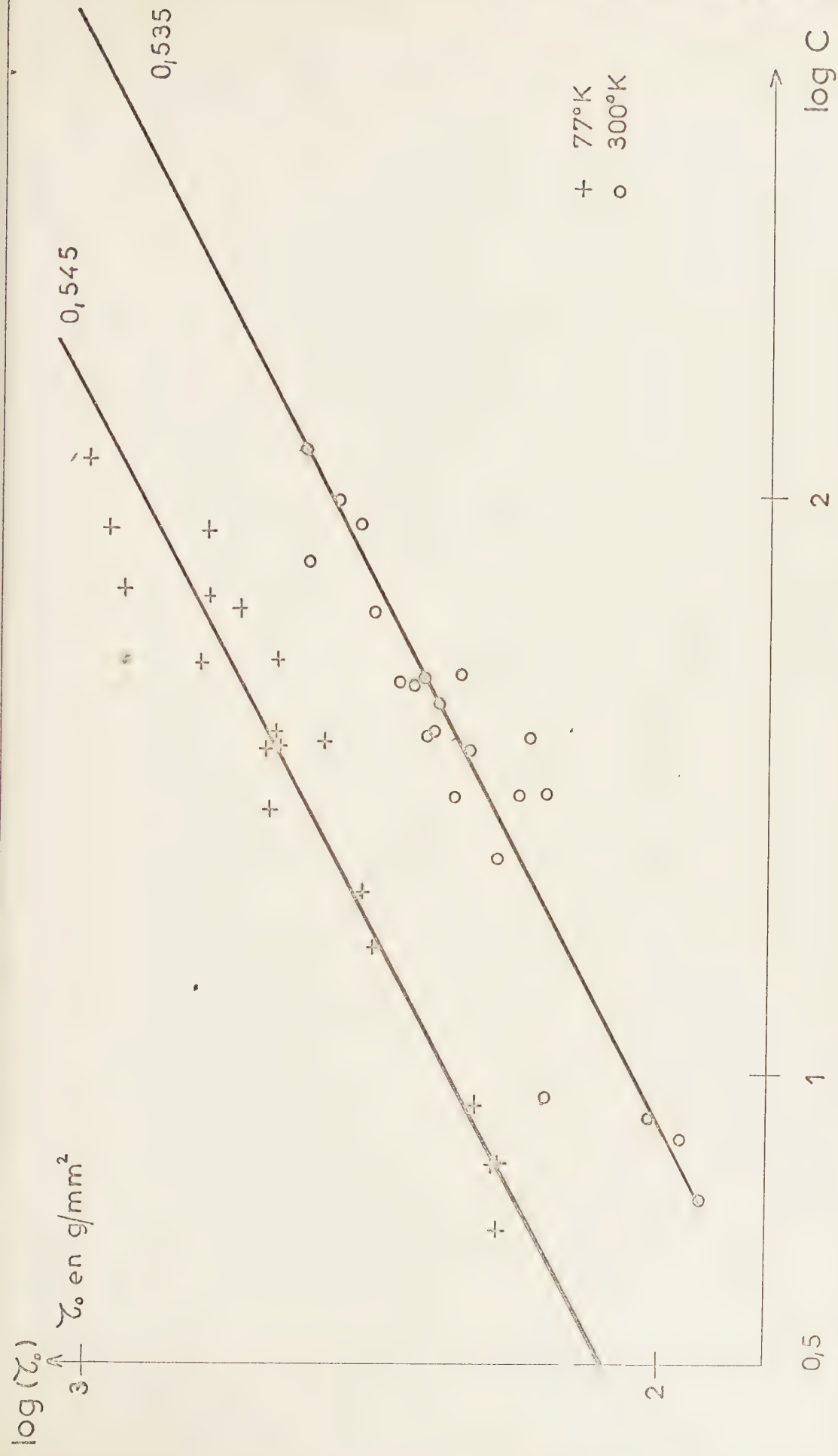


L'énergie d'activation pour le glissement sur le plan de base
à différentes températures

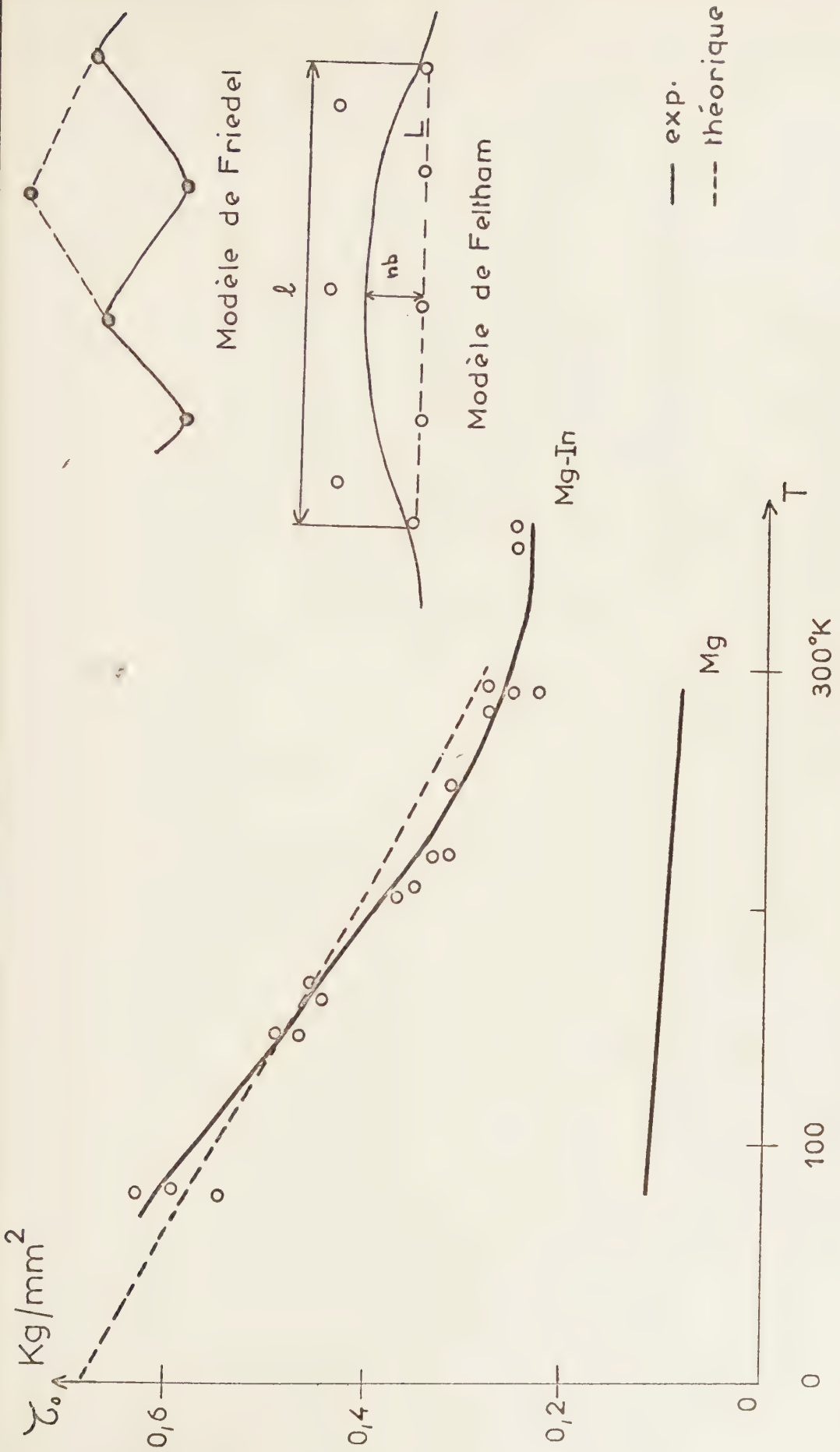


Le volume d'activation

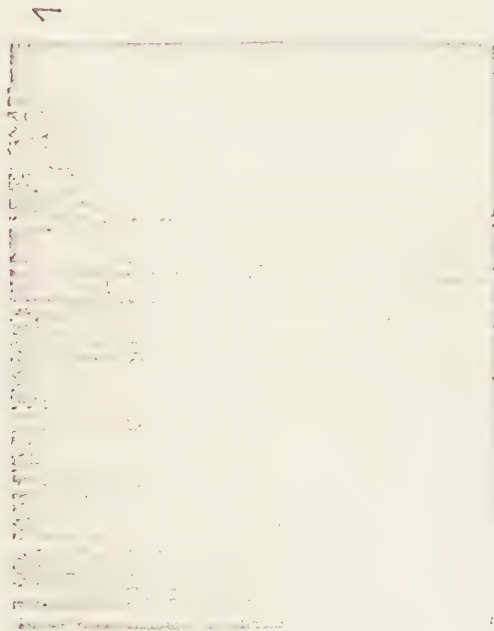




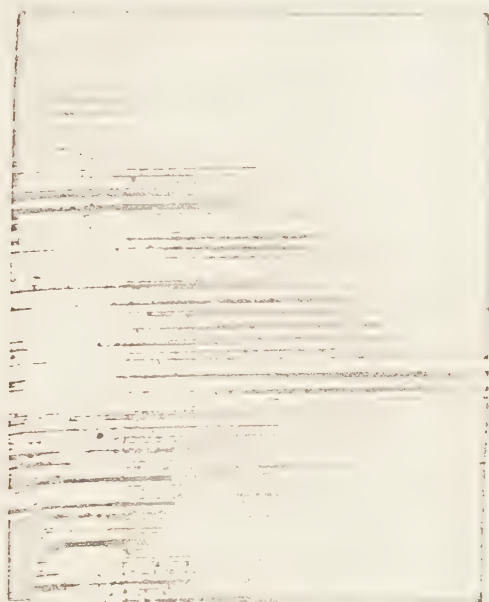
$$\text{Log } \zeta_0 \propto \frac{1}{2} \text{Log } C, \quad C \text{ en } \%$$



Variation de γ_0 avec la température
Modèle de Feltham (n°13)



1



2

Mg

Lignes de glissement 1: $g = 0,04$ 2: $g = 0,2$

Mg-In

3

5

4

Déformation hétérogène: Vue de face et de côté $g=0,4$ (Photo 3,4)

Naissance de macles près d'un sous joint (Photo 5)



6

Mg-In



7



8



9



10

6) pliage large et fissures: stade I $g=2,8$; 7) macles stade II $g=1,6$

8) pliage $(11\bar{2}0)$ stade II $g=2$; 9 et 10) stade I $g=0,3$ stade II $g=2$

DEUXIEME THESE

Proposition donnée par la Faculté :

LES PROPRIETES ET L'UTILISATION DU TITANE ET DE SES ALLIAGES.

Vu et Approuvé

Nancy, le janvier 1969

Le Doyen de la Faculté des Sciences

